

UNIVERSIDAD MOTOLINIA
INCORPORADA A LA U.N.A.M.
ESCUELA DE QUIMICA

DETERMINACION DE CALCIO Y MAGNESIO EN ROCAS, CON ETILEN
GLICOL BIS ((β AMINO ETIL ETER)N N' ACIDO TETRA-ACETICO.
(EGTA)

TESIS
QUE PARA OBTENER EL TITULO DE
QUIMICO FARMACEUTICO BIOLOGO
PRESENTA
ANA MARIA PERRILLIAT MONTOYA

MEXICO, D. F.

1 9 6 9



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

J U R A D O :

PRESIDENTE: MARIA DEL CONSUELO HIDALGO M.

VOCAL: XAVIER TORTOLERO NAVARRO

SECRETARIO: JAIME MONTIEL ROMERO

1er. SUPLENTE: ALBERTO OBREGON PEREZ

2do. SUPLENTE: AMIRA GONZALEZ DE U.

SITIO DONDE SE DESARROLLA EL TEMA:

INSTITUTO DE GEOLOGIA

SUSTENTANTE:

ANA MA. DEL SGDO. CORAZON ISABEL PERRILLIAT MONTOYA

ASESOR DEL TEMA:

QUIM. XAVIER TORTOLERO NAVARRO

SUPERVISOR DEL TEMA:

ING. QUIM. ALBERTO OBREGON PEREZ

A MIS PADRES

A MIS HERMANOS

CONTENIDO

- CAPITULO I.- INTRODUCCION
- CAPITULO II.- GENERALIDADES
- CAPITULO III.- PARTE EXPERIMENTAL
- a.- REACTIVOS
 - b.- PREPARACION DE LA MUESTRA
 - c.- METODO
 - d.- RESULTADOS
- CAPITULO IV.- CONCLUSIONES
- CAPITULO V.- BIBLIOGRAFIA

CAPITULO I.-

INTRODUCCION

INTRODUCCION

Este trabajo tiene por objeto el estudio de un método para la determinación directa de calcio en una solución buscando la forma de eliminar las interferencias y reducir al mínimo el tiempo requerido para efectuar este tipo de determinación.

En los laboratorios del Instituto de Geología el calcio se determina en los filtrados de la separación de los hidróxidos. Las sales de calcio se valoran volumétricamente por precipitación con solución tipo de ácido oxálico añadido en exceso y subsiguiente titulación del exceso del ácido con solución valorada de permanganato de potasio.

En este estudio se utiliza el EGTA que es un reactivo selectivo para calcio con respecto a magnesio. Mediante el uso del EGTA es muy fácil titular calcio en presencia de magnesio ya sea utilizando el electrodo de mercurio o el indicador zincon o calcon. El magnesio no se puede titular con EGTA debido a que

su complejo es muy inestable; la suma de calcio mas - magnesio se determina titulando con EDTA. La valoración de calcio no se puede llevar a cabo directamente con el EDTA debido a la cantidad de sales de amonio - que contiene la solución y que actúan como amortiguadores impidiendo llegar a un pH de 12 necesario para la precipitación del hidróxido de magnesio.

RECONOCIMIENTOS

El tema de estudio fué sugerido y su desarrollo supervisado por el Sr. Ing. Alberto Obregón Pérez a quién la autora está sumamente agradecida por su va liosa ayuda, así como a la Srita. María del Consuelo Hidalgo Mondragón por sus consejos. Al Ing, Guillermo P. Salas ex Director del Instituto de Geología de la U.N.A.M. que me brindó toda clase de facilidades - durante el trabajo de laboratorio que se llevó a cabo en los Laboratorios de Química de la Institución mencionada; y a todas aquellas personas que me ayudaron durante la elaboración de este trabajo

METODO DE ANALISIS PROPUESTO

Material fundido con 10 g. de $(\text{Na}_2\text{CO}_3\text{-K}_2\text{CO}_3)$. Disuelta la fusión en HCl al 10% y evaporada a seco (110°C). Redisuelta con 100 ml. de HCl al 10% en caliente, filtrada, bajada con gendarme y lavada hasta eliminación total de cloruros.

PRECIPITADO: 98-99% de la SiO_2 - cantidades variables de Fe, Al, Ti, P. Se calcina en crisol de Pt. previamente tarado a 1000°C . Se enfría y pesa, comprobando este peso con otra calcinación adicional. Se trata con HF y H_2SO_4 , evapora a seco, calcina, enfría y pesa.

FILTRADO: "a" Aforarlo en matraz volumétrico a 200 ml. agitarlo y tomar las siguientes alícuotas:

5 ml. pesarlas a un matraz aforado de 100 ml. y determinar la SiO_2 adn en la solución (ver proc.).

100 ml. pasarlos a un vaso de 250 ml. Calentarlos a ebullición y precipitar R_2O_3 con NH_4OH hasta viré exacto del rojo de metilo. Filtrar y lavar 5 veces con NH_4Cl al 2% caliente. Regresar filtro y precipitado al vaso y hervirlo 10 min. con HCl (20 ml. al 50%). Diluir a 100 ml. y repetir precipitación, filtración y lavado, bajando todo el prec. y juntanto los filtrados.

50 ml en un vaso de 100 ml. Calentar a ebullición y agregar 100 mg. de ácido ascórbico y 10 ml. de BaCl_2 al 10%. Dejar reposar, filtrar, lavar y calcinar. Pesar BaSO_4 e informar como SO_3

PRECIPITADO: Poner el filtro con el precipitado en un crisol de porcelana tarado. Calcinarlo lentamente, llevándolo hasta 1000°C , dejarlo 15 min., enfriarlo en un buen desecador y pesarlo, comprobando este peso con una calcinación adicional.

PRECIPITADO: Títulase permanganométricamente el CaC_2O_4 siguiendo la técnica usual

FILTRADO: Evapórese hasta 200 ml. aprox. Añádase 10 ml. de $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ al 10% y alcalifese con NH_4OH . Déjese asentar 1 hr. a suave calor y fíltrese bajando todo el prec. y lavado CUIDADOSAMENTE con agua caliente.

FILTRADO: 0.5 g. de ácido ascórbico y caliéntese a $70\text{-}80^\circ\text{C}$. Añádase 10 ml. de la solución acomplejante y 5 ml. de NH_4OH . Enfría y titular con EDTA 0.05 M. usando como indicador negro de ericromo.

METODO PROPUESTO: A 20 ml. añadir 0.5 g. de ácido ascórbico y llevar a ebullición. Añádase 20 ml. de la solución acomplejante, enfriar y añadir 7.5 ml. de la solución amortiguadora. Titular con EGTA 0. IM usando como indicador calcon.

CAPITULO II.-

GENERALIDADES

GENERALIDADES

La formación de iones complejos en solución juega un papel muy importante en muchos procesos analíticos. La mayoría, si no todos los iones metálicos pueden formar complejos de coordinación con ciertos iones o moléculas. Ligante es la sustancia que se acompleja con el ión metálico. Uno o mas ligantes pueden combinarse con cada ión metálico. Entre el ión metálico y el ligante existe una unión covalente en la que el ligante es el donador del par electrónico en tanto que el ión metálico es el receptor.

Los ligantes son átomos o grupos de átomos que una vez que han completado su octeto tienen uno o mas pares de electrones no compartidos. Entre los ligantes mas comunes tenemos los iones halogenuro (F^- , Cl^- , Br^- , I^-); bases nitrogenadas (amoníaco, aminas alifáticas, piridina); iones hidroxilo; ciertos hidróxidos orgánicos (OH^-); compuestos carboxílicos ($-COOH$) y carbonílicos ($>C=O$); y algunos grupos funcionales que contienen azufre, fósforo, o arsénico.

Los ligantes pueden presentar uno, dos, tres o cuatro grupos de coordinación; aquellos que presentan mas de cuatro grupos dan origen a la formación de anillos quelantes. Con frecuencia los anillos quelados contienen cinco o seis átomos, incluyendo al átomo metálico.

Cuando el complejo tiene un sólo centro de coordinación se conoce como complejo mononuclear, existen complejos polinucleares con dos o mas centros de coordinación. Estos complejos son comunes en soluciones de metales multivalentes.

Los complejos se forman por uno o varios ligantes que son unidos a un átomo de metal central, en el que el ligante dona los electrones para formar la unión. De acuerdo con Werner, los átomos metálicos, a pesar de tener su valencia completa, utilizan una especie de valencia auxiliar para acomplejarse. De acuerdo con él existe una esfera de coordinación interna consistente de grupos ligantes que están más o menos unidos firmemente al átomo del metal. En la --

mayoría de los casos de acomplejamiento el ión metálico tiene niveles de energía vacíos. Los electrones - provenientes de los grupos ligantes completan en parte o totalmente estos orbitales vacíos. De hecho hay una tendencia del metal a aceptar suficientes ligandos para que su número atómico efectivo sea el mismo que el del primer gas raro más alto en la tabla periódica.

Cada átomo metálico tiende a tener un número definitivo de ligantes que puede acomodar dentro de su esfera de coordinación. El número de coordinación de un átomo metálico es el número de uniones del ligante donador formadas con el ión metálico. Los números pares (2, 4, 6, 8) de coordinación son mucho más comunes que los nones; los números de coordinación 4 y 6 son los más frecuentemente encontrados.

En los complejos con número de coordinación 4 y 6, se forman dos tipos de complejos que son los paramagnéticos o sean aquellos que tienen dos electrones impares que le dan al complejo un momento magnético

co permanente y los diamagnéticos o sea aquellos que no son atraídos por un campo magnético debido a que tienen sus pares de electrones completos.

Se han observado varios tipos de isómeros en los complejos. Los isómeros geométricos sólo se encuentran en los complejos de configuración planar; estos no son posibles en la configuración tetrahédrica, debido a que los cuatro vértices del tetrahedro son equivalentes. Los isómeros ópticos se observan en complejos que son asimétricos. Los isómeros ópticos tienen la propiedad de desviar la luz en el plano de luz polarizada.

Los acomplejantes orgánicos son muy importantes, en el análisis químico debido a su sensibilidad y selectividad de sus reacciones con los iones metálicos. Se puede obtener una selectividad para una reacción particular si se controla el pH y la concentración del acomplejante.

Los acomplejantes orgánicos se clasifican en

tres grupos, dependiendo del número de iones hidrógeno desplazados de una molécula.

El primer grupo lo constituyen aquellos en los que hay un desplazamiento de dos iones hidrógeno. La reacción de coordinación comprende un ión metálico y un anión divalente. Cuando el número de coordinación del acomplejante es igual que el del ión metálico, el complejo resultante es una molécula neutra, generalmente insoluble en agua. En éste tipo de complejos existen dos átomos de hidrógeno ácidos los cuales al ser desplazados forman complejos 1:1 con iones metálicos divalentes o complejos 1:2 con iones metálicos tetravalentes.

El segundo grupo lo constituyen aquellos en los que hay desplazamiento de un ión de hidrógeno. La reacción se lleva a cabo entre un ión metálico y un anión univalente dando como resultado que en cada paso de la coordinación, la carga del ión disminuya una unidad. La coordinación es completa cuando la carga eléctrica es de cero, aunque no todos los orbitales -

estén ocupados por el acomplexante, ya que una subse-
quente coordinación requiere de una ionización del -
acomplexante y disolución del producto insoluble.

El tercer grupo es aquel en el que no existe
desplazamiento de iones hidrógeno. La reacción de -
coordinación comprende el reemplazamiento de molécu-
las de agua por moléculas neutras del acomplexante.
El producto es un catión con la misma carga que el -
ión metálico original.

Existe otro grupo que comprende todos aque-
llos acomplexantes que no están dentro de los grupos
anteriores; los cuales forman mas de un anillo quela-
do con cada molécula de reactivo.

La estabilidad de un complejo expresada por
su constante de formación es un factor que determina
la precipitación total o la extracción de un ión metá-
lico.

En la precipitación intervienen, la solubili-
dad intrínseca del complejo y la constante de disocia-

ción del acomplejante. En las extracciones los coefi-
cientes de partición, P_r , del reactivo y, P_c , del com-
plejo y la constante de disociación, K_a , del reactivo
intervienen junto con la formación de la constante, -
 K_c , del complejo.

La estabilidad para los iones metálicos que
formar complejos de caracter iónico aumenta al aumen-
tar la carga eléctrica y disminuye al disminuir el ta-
maño del ión metálico. Esto corresponde a los iones
metálicos que poseen la configuración electrónica de
los gases raros y para los iones de las tierras raras.
Para los metales alcalinos las estabilidades son en -
orden de: $Na^+ > K^+ > Li^+ > Rb^+ > Cs^+$ y $Mg^{++} > Ca^{++} > Sr^{++} > Ba^{++} > Ra^{++}$.
En la familia de los lantánidos el tamaño iónico dis-
minuye dando lugar a que aumente la estabilidad de -
los complejos al aumentar el número atómico.

Para los metales que forman complejos cova-
lentes, Irving encontró que el orden de estabilidad -
es de: $Mn^{++} < Fe^{++} < Co^{++} < Ni^{++} < Cu^{++} < Zn^{++}$ para muchos li-
gantes. Para muchos metales pesados existe una rela-

ción entre la estabilidad de los complejos y los potenciales de la segunda ionización.

La estereoisomería es un factor secundario - en la formación de complejos, en los cuales no existe una orientación particular para los grupos coordinados.

La constante de disociación básica, K_b , es - una medida de la tendencia de un ligante a coordinarse con un ión hidrógeno. Si se comparan series de ligantes de estructura similar, existe una relación lineal entre la constante de formación y la constante - del ligante.

La quelación aumenta la estabilidad al aumentar el número de anillos por molécula de ligante. La estabilidad aumenta también por un efecto de resonancia que existe entre el ión metálico y sus ligantes - de coordinación.

Muchos iones metálicos pueden determinarse -

por titulación con un reactivo con el cual forman un complejo en solución. A la solución que se titula se le añade un amortiguador a un pH conveniente y el ión metálico es titulado con una solución valorada del agente acomplejante. Usualmente el punto final de la titulación se percibe por un cambio nítido de color. Las titulaciones de este tipo son convenientes y precisas, en muchos casos han reemplazado métodos gravimétricos que consumen mucho tiempo. Con excepción de los metales alcalinos pueden determinarse por titulación con un agente acomplejante conveniente casi todos los demás elementos.

Para la titulación de un ión metálico con una sustancia acomplejante, la constante de formación del complejo debe ser grande, de tal manera que la reacción de titulación sea estequiométrica y cuantitativa. En el caso en que se presentan complejos con un sólo ligante la constante total es grande en tanto que las constantes de los pasos intermedios son pequeñas. El resultado se observa como un cambio gradual en la concentración del ión metálico a medida que se

agrega mas a complejante. Para una reacción de titulación, sin embargo, el cambio en la concentración del ión metálico debe ser detectable a un determinado punto estequiométrico en la titulación.

A complejantes quelantes forman fuertes complejos 1:1 con varios iones metálicos. El acomplejamiento ocurre en un sólo paso por lo que la titulación de un metal produce un cambio agudo en la concentración del ión metálico en el punto de equivalencia.

Un factor importante en los métodos de titulación con acomplejantes quelantes es la detección de la desaparición de las huellas de iones metálicos libres, la mas frecuentemente usada está basada en la utilización de indicadores adecuados, los cuales permiten que se lleve a cabo titulaciones visuales a grandes diluciones.

La reacción colorida debe ser de tal sensibilidad que poco antes del punto final, cuando casi todo el ión metálico ha sido acomplejado y la concentra

ción del ión metálico libre es muy pequeña la solución debe estar fuertemente colorida. Esta reacción colorida debe ser específica o al menos selectiva para eliminar hasta donde sea posible toda interferencia.

El complejo formado en la reacción del ión metálico y el indicador debe tener una estabilidad óptima; si no es suficientemente estable no se obtiene un cambio agudo de color en el punto de equivalencia debido a la alta ionización. La estabilidad del complejo indicador-metal debe ser menor que la del complejo metal-acomplejante, de tal manera que en el punto final el acomplejante no sea capaz de remover el ión metálico del complejo del indicador. El complejo con el indicador debe ser mas débil que aquel con el acomplejante para asegurar un cambio agudo de color por un cambio rápido de equilibrio en favor del complejo metal-acomplejante.

Se debe considerar la reacción cinética en la selección de un indicador conveniente. El comple-

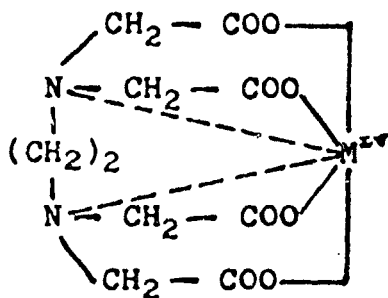
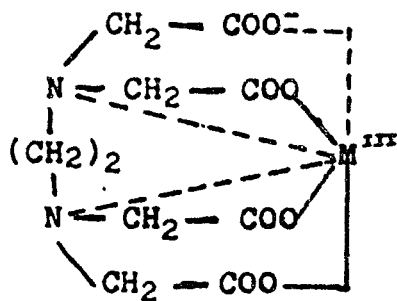
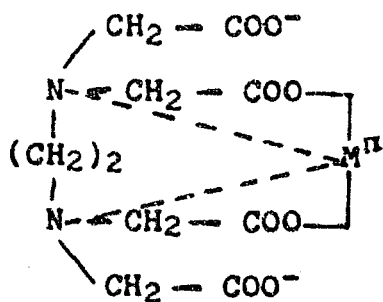
jo indicador-metal debe reaccionar con el acomplejante rápidamente para permitir un cambio agudo en el punto final de la reacción. El complejo indicador-metal debe ser soluble en el medio de reacción, ya que los complejos coloidales o precipitados reaccionan lentamente. Esto puede en algunos casos eliminarse titulando a altas temperaturas.

Debe de haber suficiente contraste entre el color del complejo indicador-metal y el indicador libre para que el cambio de color en el punto de equivalencia pueda observarse fácilmente. Todas estas reacciones deben llevarse a cabo dentro del pH en que la titulación se lleva a cabo.

Entre los ligantes que forman anillos quelados con los iones metálicos y que son útiles en la titulación de éstos, está el EDTA y compuestos relacionados; poliaminas tales como la trietilentetramina; - el nitrilotriacético; etc.

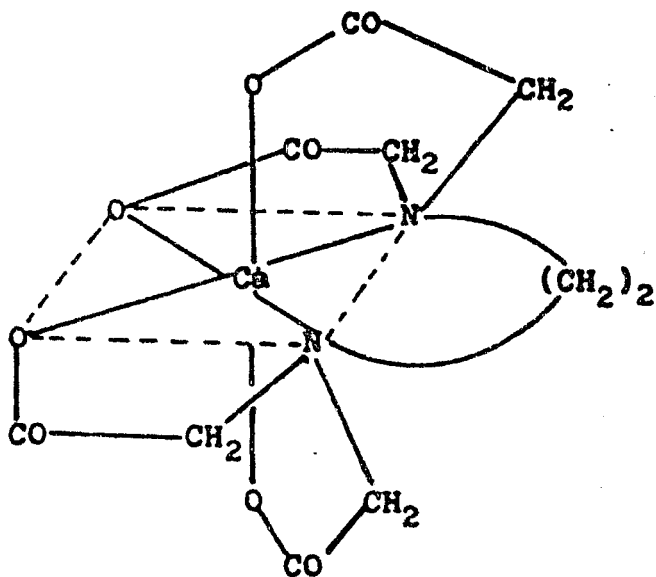
El ligante etilen diamino ácido tetra-acéti-

co (EDTA) es el mas importante titulante complejométrico. Este reactivo forma complejos estables con gran número de iones metálicos. Los iones metálicos reaccionan con el EDTA en un radio molar de 1:1. Todos los complejos son solubles en agua, la mayoría de ellos son incoloros o ligeramente coloridos. Una molécula de EDTA reacciona siempre con una molécula de metal independientemente de su valencia.



El EDTA forma un complejo con el ión calcio

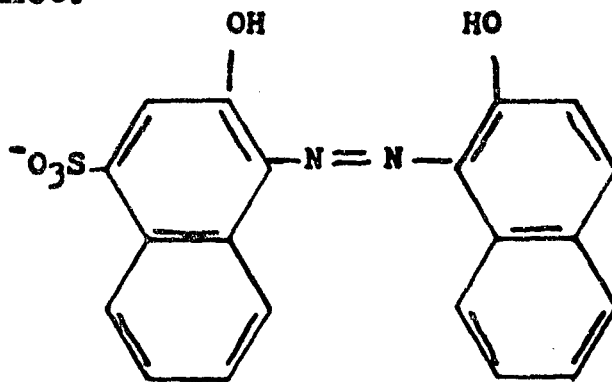
de estabilidad apreciable ($\log K=10.7$).



El ligante etilen glicol bis (β amino etil -
eter) N N' ácido tetra-acético (EGTA) es un reactivo
selectivo para varios iones metálicos. Este reactivo
forma un complejo con el ión calcio de estabilidad --
apreciable ($\log K=10.7$) en comparación con el com-
plejo de magnesio de estabilidad ($\log K=5.4$) que -
es tan débil que los indicadores no dan un cambio agu-
do en el punto de equivalencia. Este reactivo es mu-
cho mas selectivo que el EDTA, cuya estabilidad para
el calcio es de ($\log K=10.7$) y para el magnesio es

de (log K 8.69) entre las cuales existe muy poca diferencia, mientras que con el ECTA existe una diferencia aproximada de cinco unidades. Al utilizar el -- EDTA en titulaciones de calcio hay que hacer una precipitación selectiva del hidróxido de magnesio a un pH controlado.

Uno de los indicadores mas efectivos en la titulación de calcio en presencia de magnesio empleando ECTA como acomplexante es el calcon, que es una sal sódica de 1-(2 hidroxil-1 naftol azo) 2 naftol ácido sulfónico.



CAPITULO III.-

PARTE EXPERIMENTAL

a.- REACTIVOS

b.- PREPARACION DE LA MUESTRA

c.- METODO

d.- RESULTADOS

REACTIVOS

Solución amortiguadora a pH 12.5.- La solución amortiguadora de hidróxido de sodio 5M- cianuro de potasio 0.2M- sulfuro de sodio 0.128M, se prepara disolviendo 200 gramos de hidróxido de sodio en 800 ml. de agua destilada, se enfría y se añaden 13 gramos de cianuro de potasio y 10 gramos de sulfuro de sodio, se disuelve bien y se diluye a un litro con agua destilada.

Solución de EGTA disódica 0.1M.- Se prepara disolviendo 38.02 gramos de EGTA (ácida) en 200 ml. de hidróxido de sodio N y aforando a un litro con agua destilada.

Solución acomplejadora.- Se prepara disolviendo 64 gramos de cianuro de potasio en 300 ml. de agua destilada, se le agregan 400 ml. de trietanol amina y se afora a un litro con agua destilada.

Indicador.- Se mezcla una parte de calcon por 250 partes de cloruro de potasio.

PREPARACION DE LA MUESTRA

Se pesa exactamente 1.000 gramo de la muestra molida a 100 mallas y se coloca en un crisol de platino. Se le agregan 10 gramos de mezcla equimolecular de carbonatos de sodio y potasio y se homogeniza perfectamente, se cubre con dos gramos adicionales de fundente, se tapa y se coloca sobre un triángulo de porcelana y se calienta por espacio de 10 minutos a calor suave para eliminar toda humedad; al cabo de éstos se sube la temperatura todo el tiempo necesario para lograr una fusión tranquila. Una vez que la muestra está completamente fundida se continúa el calentamiento durante 5 minutos más y se retira del fuego, dejando que la masa fundida solidifique sobre uno de los lados del crisol. Cuando se ha enfriado ligeramente, se sumerge el crisol en agua fría teniendo cuidado que ésta no penetre en su interior. El crisol se vuelve a calentar y a enfriar en la misma forma. El tratamiento anterior desprende totalmente al sólido, el cuál se pasa a un vaso Pyrex de 400 ml. Tanto el crisol como la tapa se lavan con ácido clorhídrico

al 2% caliente recibiendo los lavados en el vaso. Se le agregan 25 ml. de ácido clorhídrico para descomponer todos los carbonatos y óxidos, se tapa con un vidrio de reloj y se calienta suavemente para que se disuelva toda la masa y se desprenda el bióxido de carbono. Una vez que se ha desprendido todo el bióxido de carbono se destapa el vaso y se pone a evaporar en un baño de aire, en el que la temperatura sea de 100-110° C. Deberá quedar un residuo completamente seco y no se deberá notar ningun olor a ácido clorhídrico. El contenido se humedece con 10 ml. de ácido clorhídrico concentrado, se le agrega pulpa de papel y 100 ml. de agua caliente, se lleva a suave ebullición para disolver los cloruros y se filtra. El precipitado se lava con agua acidulada caliente. La solución del filtrado es llevada a 200 ml. exactos. De ahí se toman 20 ml. para la determinación de calcio por titulación con EGTA y 20 ml. para la determinación de cal--cio más magnesio por titulación con EDTA.

METODO

En un matraz erlenmeyer se colocan 20 ml. de la muestra, se le agregan 500 mg de ácido ascórbico y se lleva a ebullición; enseguida se le añaden 20 ml. de solución acomplejadora, se mezcla perfectamente y se deja enfriar. Una vez fría se le añade 7.5 ml. de solución amortiguadora de pH 12,5, se tapa con un vidrio de reloj se agita de vez en cuando durante 5 minutos, al cabo de los cuales se le añade 0.025 gramos de indicador calcon-cloruro de potasio y se titula con solución de EGTA 0.1 M.

Debido a que el principal objeto de este trabajo es el encontrar un método para cuantificar calcio en una forma directa, se llevó a cabo la preparación de soluciones de concentración conocida de fierro, aluminio, manganeso, titanio, magnesio que son los elementos que pueden causar interferencias en la determinación de calcio. Se llevaron a cabo varias series de determinaciones para ver hasta que punto cada uno de los elementos antes mencionados producía in

terferencia en este tipo de valoración. Una vez que se determino el calcio con diferentes concentraciones de cada uno de los elementos, se efectuó la determinación de calcio con mezclas de estos elementos. Para demostrar la efectividad del método se hizo la determinación de varias muestra con EGTA, cuyo contenido en calcio había sido determinado por el método del oxalato y por titulación con EDTA.

RESULTADOS

Se llevaron a cabo los siguientes análisis para comprobar el grado de influencia de los elementos antes mencionados sobre la determinación del calcio por titulación con EGTA.

Elemento de Interferencia: Magnesio

Concentración del calcio: 0.0479 gramos

Concentración del magnesio: 0.0900 gramos

Calcio determinado: Error Relativo %

1.- 0.0479

0

2.- 0.0479	0
3.- 0.0485	1.12
4.- 0.0485	1.12
5.- 0.0479	0

Concentración del calcio: 0.0964 gramos

Concentración del magnesio: 0.0600 gramos

Calcio determinado:	Error Relativo %
1.- 0.0964	0
2.- 0.0970	0.59
3.- 0.0970	0.59
4.- 0.0964	0
5.- 0.0970	0.59

Concentración del calcio: 0.1450 gramos

Concentración del magnesio: 0.0300 gramos

Calcio determinado:	Error Relativo %
1.- 0.1450	0
2.- 0.1450	0
3.- 0.1456	0.36
4.- 0.1450	0
5.- 0.1456	0.36

Elemento de Interferencia : Manganeso

Concentración del calcio: 0.0479 gramos

Concentración del manganeso: 0.0150 gramos

Calcio determinado:	Error Relativo %
1.- 0.0485	1.12
2.- 0.0485	1.12
3.- 0.0479	0
4.- 0.0485	1.12
5.- 0.0479	0

Concentración del calcio: 0.0964 gramos

Concentración del manganeso: 0.0100 gramos

Calcio determinado:	Error Relativo %
1.- 0.0976	1.17
2.- 0.0976	1.17
3.- 0.0970	0.59
4.- 0.0970	0.59
5.- 0.0970	0.59

Concentración del calcio: 0.1450 gramos

Concentración del manganeso: 0.0050 gramos

Calcio determinado:	Error Relativo %
1.- 0.1461	0.74
2.- 0.1456	0.36
3.- 0.1461	0.74

4.- 0.1450	0
5.- 0.1456	0.36

Elemento de Interferencia: Titanio

Concentración del calcio: 0.0479 gramos

Concentración del titanio: 0.0150 gramos

Calcio determinado:	Error Relativo %
1.- 0.0485	1.12
2.- 0.0479	0
3.- 0.0485	1.12
4.- 0.0485	1.12
5.- 0.0479	0

Concentración del calcio: 0.0964 gramos

Concentración del titanio: 0.0100 gramos

Calcio determinado:	Error Relativo %
1.- 0.0970	0.59
2.- 0.0970	0.59
3.- 0.0964	0
4.- 0.0976	1.17
5.- 0.0976	1.17

Concentración del calcio: 0.1450 gramos

Concentración del titanio: 0.0050 gramos

Calcio determinado:	Error relativo %
1.- 0.1456	0.36
2.- 0.1461	0.74
3.- 0.1456	0.36
4.- 0.1450	0
5.- 0.1456	0.36

Elemento de Interferencia: Aluminio

Concentración del calcio: 0.0479 gramos

Concentración del aluminio: 0.0900 gramos

Calcio determinado:	Error Relativo %
1.- 0.0479	0
2.- 0.0485	1.12
3.- 0.0485	1.12
4.- 0.0485	1.12
5.- 0.0485	1.12

Concentración del calcio: 0.0964 gramos

Concentración del aluminio: 0.0600 gramos

Calcio determinado:	Error Relativo %
1.- 0.0970	0.59
2.- 0.0970	0.59
3.- 0.0970	0.59

4.- 0.0964 0
5.- 0.0970 0.59

Concentración del calcio: 0.1450 gramos

Concentración del aluminio: 0.0300 gramos

Calcio determinado:	Error Relativo %
1.- 0.1450	0
2.- 0.1456	0.36
3.- 0.1450	0
4.- 0.1450	0
5.- 0.1456	0.36

Elemento de Interferencia: Hierro

Concentración del calcio: 0.0479 gramos

Concentración del hierro: 0.0600 gramos

Calcio determinado:	Error Relativo %
1.- 0.0490	2.25
2.- 0.0485	1.12
3.- 0.0485	1.12
4.- 0.0485	1.12
5.- 0.0490	2.25

Concentración del calcio: 0.0964 gramos

Concentración del hierro: 0.0400 gramos

Calcio determinado:	Error Relativo %
1.- 0.0976	1.17
2.- 0.0970	0.59
3.- 0.0976	1.17
4.- 0.0976	1.17
5.- 0.0970	0.59

Concentración del calcio: 0.1450 gramos

Concentración del fierro: 0.0200 gramos

Calcio determinado:	Error Relativo %
1.- 0.1461	0.74
2.- 0.1461	0.74
3.- 0.1456	0.36
4.- 0.1461	0.74
5.- 0.1461	0.74

Combinación de los Elementos:

Concentración del calcio: 0.0964 gramos

Concentración del magnesio: 0.0060 gramos

Concentración del manganeso: 0.0010 gramos

Concentración del titanio: 0.0010 gramos

Concentración del aluminio: 0.0060 gramos

Concentración del fierro: 0.0040 gramos

Calcio determinado:	Error Relativo %
1.- 0.0976	1.17
2.- 0.0970	0.59
3.- 0.0970	0.59
4.- 0.0976	1.17
5.- 0.0976	1.17
Concentración del calcio:	0.0964 gramos
Concentración del magnesio:	0.0300 gramos
Concentración del manganeso:	0.0050 gramos
Concentración del titanio:	0.0050 gramos
Concentración del aluminio:	0.0300 gramos
Concentración del fierro:	0.0200 gramos

Calcio determinado:	Error Relativo %
1.- 0.0976	1.17
2.- 0.0970	0.59
3.- 0.0976	1.17
4.- 0.0976	1.17
5.- 0.0976	1.17
Concentración del calcio:	0.0964 gramos
Concentración del magnesio:	0.0600 gramos
Concentración del manganeso:	0.0100 gramos
Concentración del titanio:	0.0100 gramos

Concentración del aluminio: 0.0600 gramos

Concentración del fierro: 0.0400 gramos

Calcio determinado:	Error Relativo %
1.- 0.0976	1.17
2.- 0.0976	1.17
3.- 0.0976	1.17
4.- 0.0981	1.72
5.- 0.0981	1.72

Despues de estas determinaciones se procedió a verificar la bondad del método con rocas analizadas en los laboratorios del Instituto de Geología por -- otros métodos. Se determinó el contenido de calcio - de trece muestras cuya concentración en calcio había sido determinada por el método del oxalato.

Muestra	Oxido de Calcio determinado por el método del Oxalato: %	Oxido de Calcio determinado por el método del EGTA: %	Error Relativo %
IG1	0.14	0.134	-3.7
IG2	0.00	0.00	0
IG3	43.84	43.12	- 1.64
IG4	1.07	1.06	- 0.93

IG5	0.45	0.435	-3.33
IG6	8.15	8.08	-0.85
IAI	53.00	54.07	+2.01
IA2	30.10	29.78	-1.06
IA3A	32.72	32.98	+0.79
IA3B	31.81	31.58	-0.72
4	30.27	29.85	-1.38
1	15.10	15.09	-0.06
2	69.50	67.37	-3.07

En el método se empleo el ácido ascórbico pa
ra reducir el fierro III a fierro II. El fierro para
acomplejarse necesita encontrarse en el estado - 2.

La solución acomplejadora se empleo para acom
plejar al fierro, aluminio, manganeso y titanio. Si
no se hubiese empleado la solución acomplejadora, al
añadir la solución amortiguadora se hubiesen formado
los sulfuros respectivos, los cuales debido a su colo
ración impedirían ver el vire del indicador.

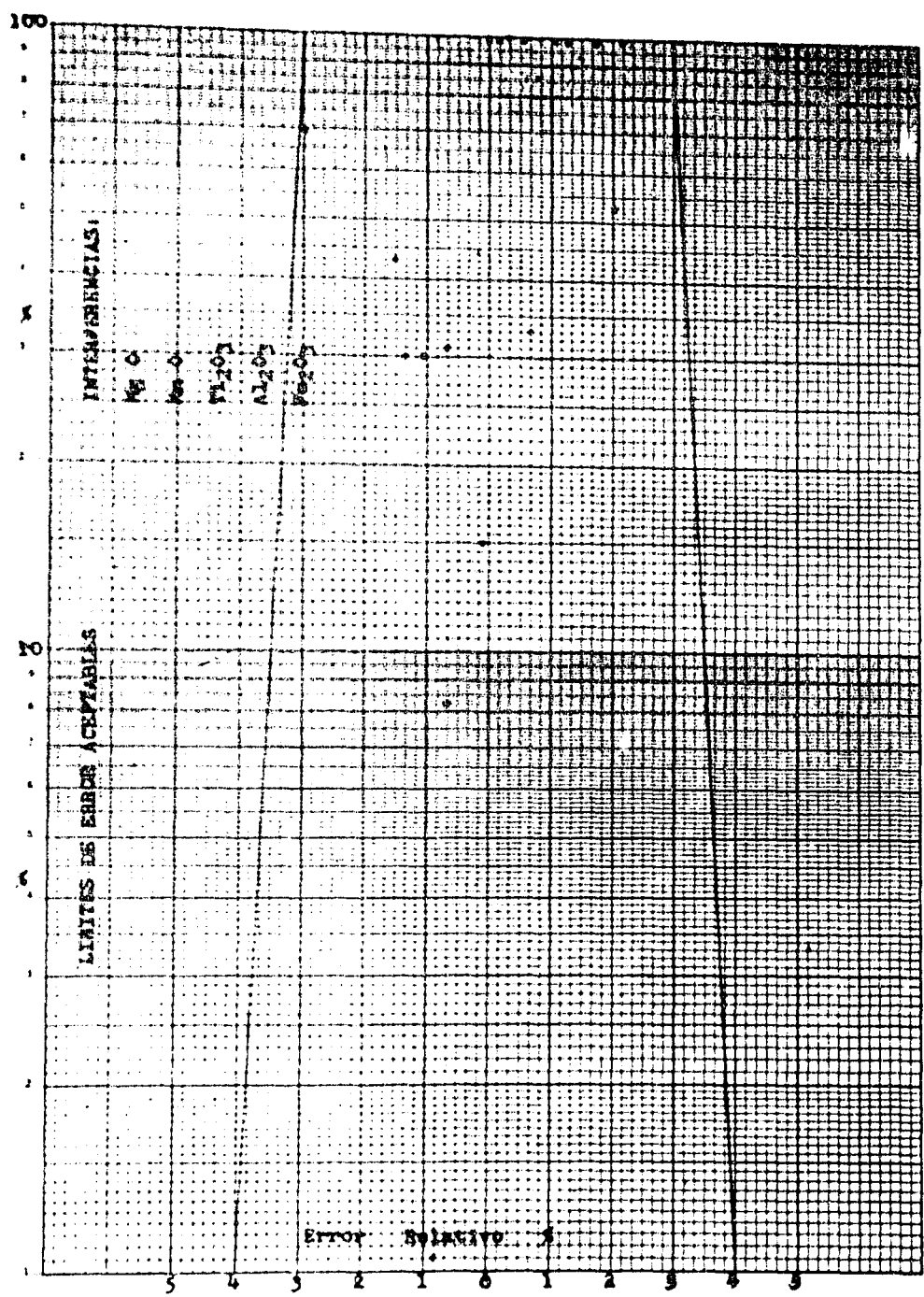
A la solución amortiguadora se le añadió -
cianuro de potasio para estabilizar la coloración --

azul del indicador en el punto final de la titulación.

El vire del indicador fué en todos los casos nítido; pasó de coloración rosa intenso a azul intenso en el punto de equivalencia.

De la observación de los datos se ve que el límite de error se encuentra aproximadamente entre --
+ 3.5 y - 3.5.

K-E SEMI-LOGARÍFICO 48 5090
FABRIL DE INSTRUMENTOS S.A. S. R. L.
SANTO DOMINGO, REPUBLICA DOMINICANA



CAPITULO IV .-

CONCLUSIONES

CONCLUSIONES

Con el método aquí propuesto para la determi
nación de calcio en presencia de magnesio en rocas --
con EDTA se puede ver que:

Una vez separada la sílice, la determinación
de calcio se puede llevar a cabo en un máximo de tiem
po de 20 minutos, evitándose la separación de los -
hidróxidos y la precipitación del calcio con oxalato
lo cual requiere una serie de manipulaciones laborio-
sas que consumen mucho tiempo.

Los errores encontrados al efectuar el análi
sis de una serie de muestras no sobrepasa los límites
de error considerados aceptables para este tipo de -
determinaciones que no requieren de una gran preci-
ción, sino mas bien el de efectuarse en el menor tiem
po posible dentro de los límites aceptables.

El magnesio se puede determinar conjuntamen-
te con el calcio por titulación con EDTA y por dife--
rencia sacar su contenido.

CAPITULO V .-

BIBLIOGRAFIA

BIBLIOGRAFIA

- Blaedel, W. J., y V. W. Meloche; Elementary Quantitative Analysis; Harper and Row, Publishers; Nueva York; Segunda Edición; 1963.
- Fabregas, R., A. Badrinas y A. Prieto; Volumetrische Bestimmung Von Magnesium in Gegenwart Von Calcium Talanta, Vol. 8, pp. 804-808, (1961).
- Fritz, James S. y G. H. Schenk; Quantitative Analytical Chemistry; Allyn and Bacon, Inc.; Boston; 1966
- Kolthoff, I. M. y E. B. Sandell; Textbook of Quantitative Inorganic Analysis; The MacMillan Company ; Nueva York; Tercera Edición; 1952.
- Laitinen, Herbert A.; Chemical Analysis; Mc Graw Hill Book Company, Inc.; Nueva York; 1960.
- Meites, Louis y H. C. Thomas; Advanced Analytical Chemistry; Mc Graw Hill Book Company, Inc.; Nueva York; 1958.
- Page, John O.; Complexometric Determination of Calcium in impure calcium carbonate and limestone; Analytica Chimica Acta, Vol. 42, pp. 233-8, (1968).

Rigbom, Anders, G. Pensar y E. Wänninen; A Complexometric Titration Method for Determining Calcium in the Presence of Magnesium; *Analytica Chimica Acta*, Vol. 19, pp. 525-531, (1958).

Walton, Harold; Principles and Methods of Chemical Analysis; Prentice Hall, Inc.; Nueva Jersey; Segunda Edición; 1964.

Welcher, Frank J.; The Analytical Uses of Ethylenediamine tetraacetic Acid; D. Van Nostrand Company, Inc.; Nueva York; 1958.