

CONSTRUCCIÓN Y CALIBRACIÓN DE UN EQUIPO PARA LA MEDICIÓN DE CARBONATO DE CALCIO.

Angel Marcos, Elba Fernández y Jorge Caló
Universidad Nacional del Sur.
San Juan 670 - (8000) Bahía Blanca. Argentina

RESUMEN

Se construye un calcímetro de lectura directa y de fácil manipulación que permite determinar con un error menor al 1 % el contenido de carbonato de calcio en rocas y sedimentos. Se utiliza un manómetro de 1 bar de presión y el cuerpo se construye con material acrílico. Se realiza la calibración del equipo utilizando carbonato de calcio puro y calcita de alta pureza comprobada mediante la difracción de rayos X.

ABSTRACT

An easy to use direct reading calcium carbonate measuring device, is built to determine, with an error smaller than 1 %, the content of that mineral in rocks and soils. A gauge of 1 bar pressure is used and the device body is built in acrylic material. The calibration is carried out using pure calcium carbonate and calcite of high proven purity corroborated by means of diffraction X-ray.

1. INTRODUCCION

Ante la necesidad de realizar mediciones del contenido de carbonato de Calcio en el material proveniente de la costra calcárea, conocido regionalmente como "tosca", se construyó un calcímetro (figura 1) de lectura directa que permite realizar un gran número de ensayos de laboratorio en un corto período de tiempo. Se toma como base el modelo desarrollado por Mélières (1974).

Para la construcción del mismo se utiliza material acrílico resistente al ataque del ácido clorhídrico y a su vez transparente que permite visualizar la operación. Se ha adaptado una válvula despresurizadora para poner el equipo a cero cuando se cierra y restablecer la presión inicial al finalizar el ensayo. Como elementos anexos se utiliza una piseta con un limitador de líquido a efectos de dosificar el uso del ácido clorhídrico. El equipo fue ensayado con mineral de calcita y con carbonato de calcio en droga.

2. PRINCIPIO DE FUNCIONAMIENTO

El equipo mide el aumento de la presión que se produce a volumen constante durante la reacción:



Un milimol de CaCO_3 (100mg) descompuesto por HCl determina un desprendimiento de un milimol de CO_2 , es decir 22.4 cc en condiciones normales de temperatura y presión (20°C y 760 mm Hg). Si esta reacción se realiza en un recipiente cerrado de 22,4 cc de volumen (volumen interno del equipo) a la presión atmosférica inicial, la presión relativa al final de la reacción será de un bar. El equipo es entonces de lectura directa. Para establecer las correcciones de las desviaciones a las condiciones normales de temperatura y presión, se deben efectuar los ensayos correspondientes.

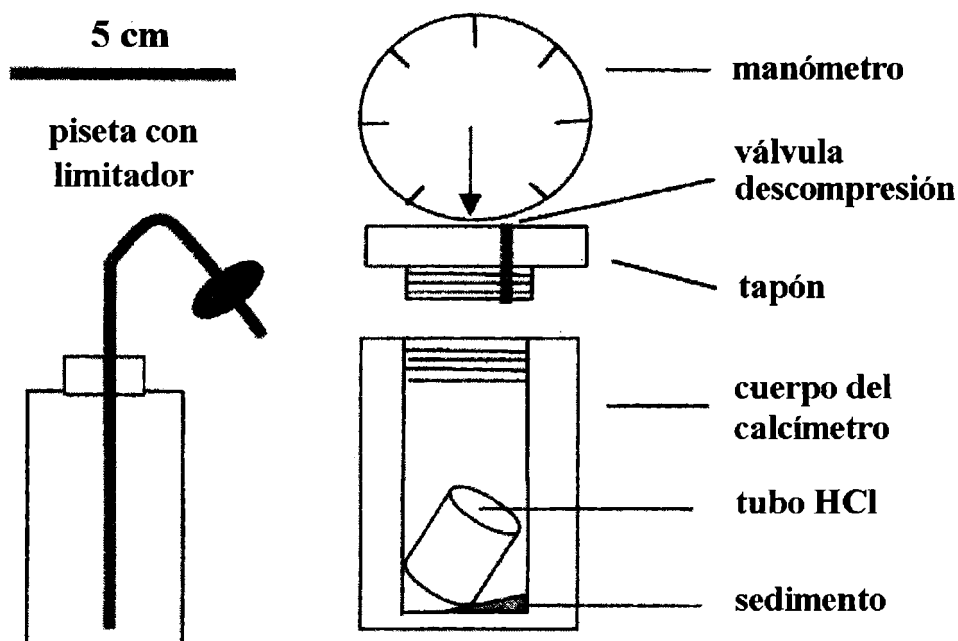


Figura 1. esquema del calcímetro. Cuerpo con el tubo del ácido y sedimento. Tapa con manómetro. Piseta con limitador de líquido

3. DESCRIPCION DEL CALCIMETRO

Consta de un cuerpo de 5 cm de diámetro interno y 2.4 cm de diámetro interno con un volumen de 22.4 cc una vez cerrado. El tapón de acrílico roscado lleva el manómetro, la válvula despresurizadora y una junta de goma para evitar la pérdida de aire. El equipo debe estar perfectamente cerrado y hermético para evitar errores por pérdida de presión en el momento de realizar las mediciones. Durante la construcción del mismo se tomaron todas las precauciones en el sellado de las rosca como así también en la tensión del resorte utilizado para la adaptación de la válvula de descompresión.

Construcción y calibración de un equipo

Como elementos accesorios se cuentan con tubos de ensayo de vidrio de 1 cm de diámetro y 2,5 cm de altura. También con una piseta con un sistema limitador de líquido que permite dosificar la cantidad de HCl requerido sin necesidad utilizar una pipeta. Se emplea una pinza para colocar los tubos dentro del cuerpo del calcímetro. La molienda de la muestra se hace en un mortero de ágata y para la dosificación del polvo una balanza analítica.

4. CALIBRACION DEL EQUIPO

Para la calibración del equipo se utilizó carbonato de calcio en droga y calcita. Se comprobó mediante la difracción de rayos X la pureza de los mismos. Se hicieron los distintos ensayos (Tabla 1) para establecer la curva de calibración y los límites de confianza del 95 % y 99 % (figura 2). Los resultados responden a una recta ($y = b + mx$) donde la pendiente m es 0.971 y b igual a 3.1. El error promedio del equipo es menor del 1%. Para valores por debajo del 16% de carbonato de Ca, el error es de 15% promedio. Esto se debe a la precisión del manómetro.

TABLA 1. Valores obtenidos en los ensayos de calibración del calcímetro. CO₃Ca en mg, y la lectura es directa en el manómetro.

CO ₃ Ca	5.4	5.8	11.3	11.9	14	17.9	25.6	29.4	34.9	40.7	46.1
Lectura	6.3	8	13	15.6	17	20.5	29	32.5	38	44	49
CO ₃ Ca	51.2	56.8	29.4	65.1	68.7	75.5	81.2	86.2	90	97.3	99.9
Lectura	54	57	61	67	70	76	82	85	90	98	100.5

CALCIMETRO

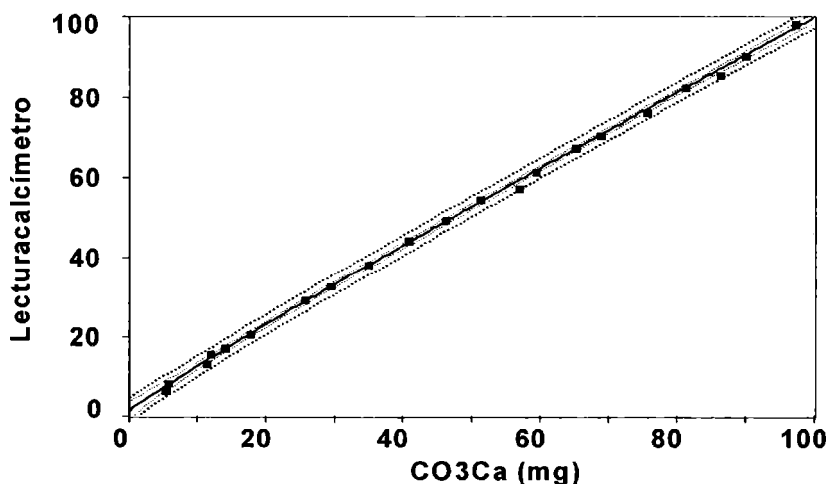


Figura 2. recta de calibración del calcímetro y límites de confianza del 99% y 95 %.

4. MODO DE EMPLEO

Se pesan 100 mg de muestra previamente deshidratada y reducida a polvo fino en mortero de ágata. Se introduce en el cuerpo del equipo en un lado del fondo como se ve en la figura 1.

Se llena el tubo de ácido a la altura deseada (0.4cc) con HCl técnico puro (8N). Se utiliza con preferencia la piseta provista del sistema limitador de líquido. Con la ayuda de una pinza, se introduce el tubo con el ácido, teniendo el equipo en forma vertical y se lo deposita oblicuamente de modo que su base repose sobre la parte del cilindro diametralmente opuesta al polvo (figura 1).

Se cierra el equipo tomándolo de la tapa y no por el manómetro a efectos de evitar el deterioro del mismo. Con la válvula despresurizadora se lleva la presión interna a cero. Se inclina el conjunto de manera de hacer caer el ácido sobre el polvo, teniendo cuidado que la solución no alcance el cabezal. Se endereza el equipo y se agita hasta el ataque completo del ácido. Se espera alrededor de 30 segundos y se hace la lectura. Se corrige eventualmente en función de las condiciones de temperatura y de presión.

Se retoma la presión atmosférica con la ayuda del despresurizador. Se desenrosca la tapa del equipo siempre teniéndolo de la tapa y no del manómetro. Se lava el cuerpo y el tubo de ácido con agua, luego con alcohol etílico, y se seca con aire comprimido. El aparato queda listo para una nueva determinación.

5. CONCLUSIONES

Se ha logrado construir un calcímetro de fácil manejo y de lectura rápida con un alto grado de precisión. El error del equipo es inferior a 1% y permite la realización de un gran número de ensayos en breves períodos de tiempo.

REFERENCIAS

Mélières, F., 1974. Recherches sur la dynamique sédimentaire du golfe de Cadix (Espagne). These d'Etat, Université de Paris 6, 236p.