Práctica 5

DETERMINACIÓN GRAVIMÉTRICA DEL CONTENIDO DE SULFATO EN FORMA DE SO_3 EN UNA MUESTRA DE YESO

Tipo de práctica	Duración	Indicaciones de peligro
Grupal	4 horas	

OBJETIVOS

- Determinar el contenido de SO_3 en una muestra de yeso, obteniéndolo a partir del peso de un compuesto insoluble por gravimetría, y familiarizar al aprendiz con este método analítico y su metodología a seguir para la obtención del compuesto deseado.

- Practicar todos los conceptos de gravimetría tales como cuarteo, digestiones ácidas, precipitación, solubilidad, eliminación de interferencias, filtración, lavado y calcinación. Conocer las condiciones para una buena precipitación y ejercitar al aprendiz en el concepto de factor gravimétrico.

1. FUNDAMENTO

El yeso o "yeso cocido" se comercializa molido, en forma de polvo y se obtiene a partir de una piedra natural denominada aljez (roca sedimentaria, incolora o blanca en estado puro), mediante deshidratación, al que se le añade en fábrica otras sustancias químicas para modificar sus características de fraguado, resistencia, adherencia, retención de agua y densidad, que una vez amasado con agua, puede ser utilizado directamente. Esta piedra de aljez contiene 79,07% de sulfato de calcio anhidro ($CaSO_4$) y 20,93% de agua. La piedra de aljez, sin embargo, presenta impurezas tales como la arcilla, óxido de hierro, sílice, caliza, entre otros, que le confiere variadas coloraciones.

El yeso natural está compuesto por sulfato de calcio con dos moléculas de agua de hidratación, $CaSO_4 \cdot 2H_2O$. Si se aumenta la temperatura hasta lograr el desprendimiento total de agua, fuertemente combinada, se obtienen durante el proceso diferentes yesos empleados en construcción:

- Temperatura ambiente: yeso natural o sulfato de calcio bihidrato: $CaSO_4 \cdot 2H_2O$.
- 107°C: formación de sulfato de calcio hemihidrato: $CaSO_4 \cdot \frac{1}{2}H_2O$.
- 107 - 200°C: yeso comercial para estuco. Desecación del hemihidrato, con fraguado más rápido que el anterior.
- 200 - 300°C: yeso con ligero residuo de agua, de fraguado lento y de gran resistencia.
- 300 - 400°C: yeso de fraguado aparentemente rápido, pero de muy baja resistencia

- 500 - 700°C: yeso anhidro o extra cocido, el fraguado es nulo: yeso muerto.
- 750 - 800°C: empieza a formarse el yeso hidráulico.
- 800 - 1000°C: yeso hidráulico normal o de pavimento.
- 1000 - 1400°C: yeso hidráulico con mayor proporción de cal libre y fraguado más rápido.

Es utilizado en:

- Construcción: como pasta de agarre, para guarnecidos, enlucidos, entre otros. También es utilizado para obtener estucados y en la preparación de superficies de soporte para la pintura artística al fresco.
- Como aislante térmico, pues el yeso es mal conductor del calor y la electricidad.
- En odontología: para fabricar moldes de dentaduras.
- Quirúrgicos: en forma de férula para inmovilizar un hueso y facilitar la regeneración ósea en una fractura.
- En los moldes utilizados para preparación y reproducción de esculturas.
- En la elaboración de tizas para escritura.
- En la fabricación de cemento.
- En tierras agrícolas: ya que su composición química es rica en azufre y calcio, esto hace del yeso un elemento de gran valor como fertilizante de los suelos.
- En la "remediación ambiental" en suelos: eliminación de elementos contaminantes de los mismos, especialmente metales pesados.
- El polvo de yeso crudo se emplea en los procesos de producción del cemento Portland, donde actúa como elemento retardador del fraguado.
- Es utilizado para obtener ácido sulfúrico.
- También se usa como material fundente en la industria.

El azufre en la mayoría de los compuestos que lo contienen puede ser convertido a ión sulfato. Este ión sulfato se obtiene en un medio apropiado (pH), bajo condiciones de temperatura y de agitación constante (para obtener la buena formación del precipitado) mediante la adición de cloruro de bario como reactivo precipitante.

Consultar antes de la práctica:

1. ¿Teóricamente qué porcentaje debe tener el SO_3 en un yeso 100% puro?
2. ¿Cuál es el componente principal de un yeso?
3. ¿Por qué se utiliza el HCl (1:5) como solvente?
4. ¿Cuál es la reacción que se efectúa cuando se agrega el HCl?
5. ¿Por qué se filtra después de atacar con HCl?
6. ¿Por qué se agrega solución de cloruro de bario?
7. ¿Cuál es la reacción que se realiza cuando se agrega solución de cloruro de bario?
8. ¿En qué medio se hace la precipitación del compuesto formado y por qué?

9. ¿Cómo comprueba la ausencia de cloruros en el filtrado?
10. ¿Por qué se debe comprobar la ausencia de cloruros en el filtrado?
11. ¿Por qué se carboniza el papel?
12. ¿Por qué se calcina el precipitado a 900°C?
13. ¿Cuál es el sólido final obtenido?
14. ¿Cómo se deduce la fórmula para calcular el % de SO_3 en la muestra analizada?
15. ¿Con el yeso, qué producto de importancia económica se fabrica actualmente?
16. ¿Qué impurezas se pueden presentar durante la precipitación?
17. ¿Cuál es el sólido final obtenido?

2. MATERIALES Y REACTIVOS

- Un mortero con mango
- Un gramo de yeso (suministrado por el instructor)
- Balanza analítica
- Un aro de hierro con nuez
- Un vidrio de reloj
- Un agitador de vidrio
- Una espátula
- Un crisol de porcelana con tapa
- Tres vasos de precipitados de 250 mL
- Pinzas para crisol
- Una pipeta aforada de 10 mL
- Una pipeta graduada de 5 mL
- Una pera de succión o pipeteador
- 4 placas de calentamiento
- Una probeta de 100 mL
- Papeles de filtro franja negra y azul
- Papel absorbente o toalla
- Un frasco lavador
- Mufla
- Desecador
- Un embudo estriado
- Un vaso de precipitados de 50 mL
- Un aro metálico
- Un triángulo de porcelana
- Un balón aforado de 50 mL
- Dos balones aforados de 25 mL
- Una pipeta Pasteur
- 30 mL de solución de cloruro de bario ($BaCl_2.2H_2O$) 10% p/v
- 10 mL de una solución de ácido clorhídrico (HCl) en una proporción de 1:1.

- Solución de nitrato de plata ($AgNO_3$), 0,1 N para la comprobación de cloruros.
- Solución acuosa de anaranjado de metilo ($C_{14}H_{14}N_3NaO_3S$) al 0,2% p/v.
- Hidróxido de amonio, (NH_4OH) (o amoníaco concentrado) al 25 o 30 % p/v.

3. PROCEDIMIENTO

3.1. PREPARACIÓN DE LA MUESTRA.

- Triturar y pulverizar la muestra en un mortero.
- Pesar una muestra que esté comprendida entre 0,2 – 0,3 g y pasarla cuantitativamente a un vaso de precipitados de 250 mL.
- Agregar 10 mL de HCl (1:1) con ayuda de una probeta y calentar suavemente.
- Añadir 50 mL de agua caliente medidos con probeta y 3 gotas de metil naranja, luego agregar lentamente amoníaco hasta color naranja con el fin de eliminar sustancias interferentes.
- Filtrar inmediatamente por gravedad, utilizando papel de filtro franja negra para eliminar interferencias, lavar 5 veces con agua caliente.
- Agregar al filtrado ácido clorhídrico diluido hasta color rosado.

3.2. PRECIPITACIÓN

- Calentar la solución y añadir 20 mL de cloruro de bario al 10% p/v (agente precipitante) lentamente y con agitación constante. Dejar reposar 30 minutos.

$$Ba^{2+} + SO_4^{2-} \rightarrow BaSO_4$$

- Comprobar que la precipitación ha sido completa agregando una gota de cloruro de bario por las paredes, si se forma precipitado se debe agregar más cloruro de bario.

3.2. FILTRACIÓN

- Filtrar por gravedad el precipitado formado a través de un papel de filtro de poro fino (papel franja azul) que no de cenizas al incinerarse.
- Lavar el precipitado hasta ausencia de cloruros (probar, agregándole gotas de $AgNO_3$ al filtrado) y despreciarlo.

$$Ag^+ + Cl^- \rightarrow AgCl$$

3.3. CALCINACIÓN

- Mientras se va filtrando, lavar y secar un crisol de porcelana, marcarlo y colocarlo en una mufla a 900 °C durante media hora, dejar enfriar en un desecador y pesarlo.
- Una vez finalizada la filtración, sacar el papel de filtro del embudo, doblar los extremos para cubrir el precipitado y colocarlo en el crisol de porcelana

(previamente marcado y pesado), calentar el crisol hasta carbonizar el papel, evitando formación de llama, pues el precipitado obtenido se reduce a BaS. Tener cerca la tapa del crisol por si fuera necesario su uso.

- Posteriormente calcinar en la mufla a 900 °C, durante una hora, esperar a que la temperatura baje hasta 200 °C, sacar el crisol y colocarlo en un desecador, taparlo, dejarlo enfriar e inmediatamente pesarlo.
- Calcular el porcentaje de SO_3 a partir de la muestra de yeso original.
- Hacer el análisis por duplicado.

4. HOJA DE DATOS

Tabla 1. Determinación gravimétrica del contenido de sulfato en forma de trióxido de azufre (SO3) en una muestra de yeso.

N° de muestra		
Peso de la muestra original [g]	Medición 1	
	Medición 2	
Peso del crisol vació [g]	Medición 1	
	Medición 2	
Peso del crisol + precipitado calcinado [g]	Medición 1	
	Medición 2	
Peso del precipitado obtenido [g]	Medición 1	
	Medición 2	
% SO_3 (promedio ± CV)		

CV: coeficiente de variación

5. INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS.

Determinar el porcentaje de SO_3

6. BIBLIOGRAFIA

Vargas Fiallo, Luz Yolanda y Camargo, Jaime H.. Manual de Prácticas de Laboratorio de Análisis Química I. Universidad Industrial de Santander. Página 43-52.

7. RESPONSABLES DE LA LOGÍSTICA (GRUPO #1)

CABINAS: VALENTINA PANIZA
REACTIVOS: LIZ MOYANO
MATERIAL: MÓNICA SILVA
BALANZAS: LIZ MOYANO
EQUIPOS: VALENTINA PANIZA
MESONES: VALENTINA PANIZA
PISO:GRUPO 1
POCETAS: VALENTINA PANIZA