

**Determinación cuantitativa de carbonatos en los
suelos por el método del calcímetro de Bernard**

NLT-116/59

1. OBJETO

- 1.1. Este método de ensayo, además de para suelos, puede emplearse para determinar la proporción de carbonatos en las rocas, arenas, cal, cemento, etc.

Se funda en la descomposición de los carbonatos por la acción del ácido clorhídrico, con desprendimiento de anhídrido carbónico gaseoso, según la reacción expresada a continuación:



Conociendo la cantidad de CO_2 desprendida mediante la medida de su volumen, presión y temperatura, puede calcularse la cantidad de carbonatos que había en la muestra ensayada.

En este método se calibra el aparato con carbonato cálcico puro, por lo que no es necesario tener en cuenta la presión y la temperatura.

2. APARATOS Y MATERIAL NECESARIOS

- 2.1. Calcímetro representado en la figura adjunta y compuesto por:
- Soporte adecuado.
 - Tubo bureta de 100 cc. de capacidad, graduado en 0,2 cc.
 - Tubo de nivel,
 - Matraz erlenmeyer, de unos 200 cc., con un tapón de goma atravesado por un tubo de vidrio.
 - Tubo de vidrio cerrado por un extremo, de longitud algo menor que el diámetro del fondo del matraz, y de unos 3 cc. de capacidad.
 - Tubo de goma o de plástico flexible, adecuado para conectar la parte inferior de la bureta con el tubo de nivel y la superior con el tapón del matraz erlenmeyer.
- 2.2. Mortero con su pistilo.
- 2.3. Rodel de corcho.
- 2.4. Balanza que aprecie 0,001 gr.

- 2.5. Estufa de desecación regulable a 105-110° C.
- 2.6. Un papel satinado color negro u otro color oscuro, de unos 3 × 6 centímetros y doblado en forma de angular.
- 2.7. Pipeta o cuentagotas.
- 2.8. Pincel muy fino.
- 2.9. Disolución de cloruro sódico, próximo a la saturación, para usarla como líquido de cierre en el tubo de nivel.
- 2.10. Carbonato cálcico muy puro.
- 2.11. Acido clorhídrico diluido; aproximadamente dos volúmenes de agua y uno de ácido clorhídrico concentrado. (Es concentrado el ácido clorhídrico que se encuentra en el mercado en frascos para usos de laboratorio.)

3. PROCEDIMIENTO

3.1. Preparación de la muestra.

- 3.1.1. De una muestra representativa del material que se quiere analizar tomar unos 10 gr., pulverizarlos en el mortero y secar en estufa hasta peso constante.

3.2. Tarado del aparato con carbonato cálcico puro.

- 3.2.1. Llenar el tubo de nivel y la bureta con la disolución del cloruro sódico.
- 3.2.2. Pesar sobre el papel especificado en 2.6, con precisión de 0,001 gr., unos 0,200 gr. de carbonato cálcico puro previamente secado en estufa hasta peso constante.
- 3.2.3. Introducir el carbonato pesado dentro del erlenmeyer, de forma que caiga en el fondo del matraz y ninguna partícula quede en las proximidades de la boca. Si quedasen partículas adheridas al papel, arrastrarlas dentro del erlenmeyer por medio de golpecitos o usando el pincel si fuera necesario.
- 3.2.4. Llenar el tubo de vidrio con la disolución de ácido clorhídrico por medio de una pipeta o cuentagotas, procurando que no quede ácido en la parte exterior del tubo. En caso de que caiga algo, lavar el tubo por fuera con el frasco lavador.
- 3.2.5. Introducir el tubo con ácido clorhídrico dentro del matraz, deslizándolo por la pared con cuidado para que quede vertical y no se derrame nada. Dejar el matraz en posición para que no caiga el tubo de vidrio, por ejemplo, sobre un rodel de corcho de tamaño apropiado.
- 3.2.6. Mover el depósito del tubo de nivel para que quede enrasado su nivel de agua con el de la bureta en la división cero, aproximadamente.
- 3.2.7. Manteniendo el tubo de nivel fijo, con la otra mano tomar el tapón de goma y cerrar el matraz erlenmeyer apretándolo para que ajuste bien sin que se vuelque el tubo con la disolución de ácido clorhídrico. Enrasar de nuevo el tubo de nivel y hacer la lectura de las divisiones de la bureta en la que se

ha conseguido el enrase. Después de hecha esta lectura no volver a apretar el tapón.

- 3.2.8. Mover el matraz erlenmeyer para que el tubo vuelque y vacíe el ácido, el cual empezará a reaccionar con el carbonato.
- 3.2.9. Desplazar el tubo de nivel lo necesario para enrasar con el nivel de agua en la bureta hasta que se establezca en una lectura. Cuando hayan transcurrido de dos a tres minutos con el enrase mantenido en la misma lectura de la bureta, anotar ésta.

3.3. Ensayo con la muestra.

- 3.3.1. Proceder en todo igual que en el tarado, pero en vez de carbonato cálcico emplear la muestra a analizar, preparada según el apartado 3.1.

Pesar unos 0,350 gr., pero si en el ensayo se producen menos de 20 cc. o más de 100 cc. de anhídrido carbónico, repetir la determinación con la cantidad de muestra necesaria para que se produzcan entre 20 y 100 cc.

4. RESULTADOS

- 4.1. Por diferencia entre la lectura final de la bureta y la inicial se obtienen los centímetros cúbicos de anhídrido carbónico gaseoso que se han producido en la reacción.
- 4.2. El contenido de la muestra expresado en % de carbonato cálcico se obtiene por medio de la siguiente fórmula:

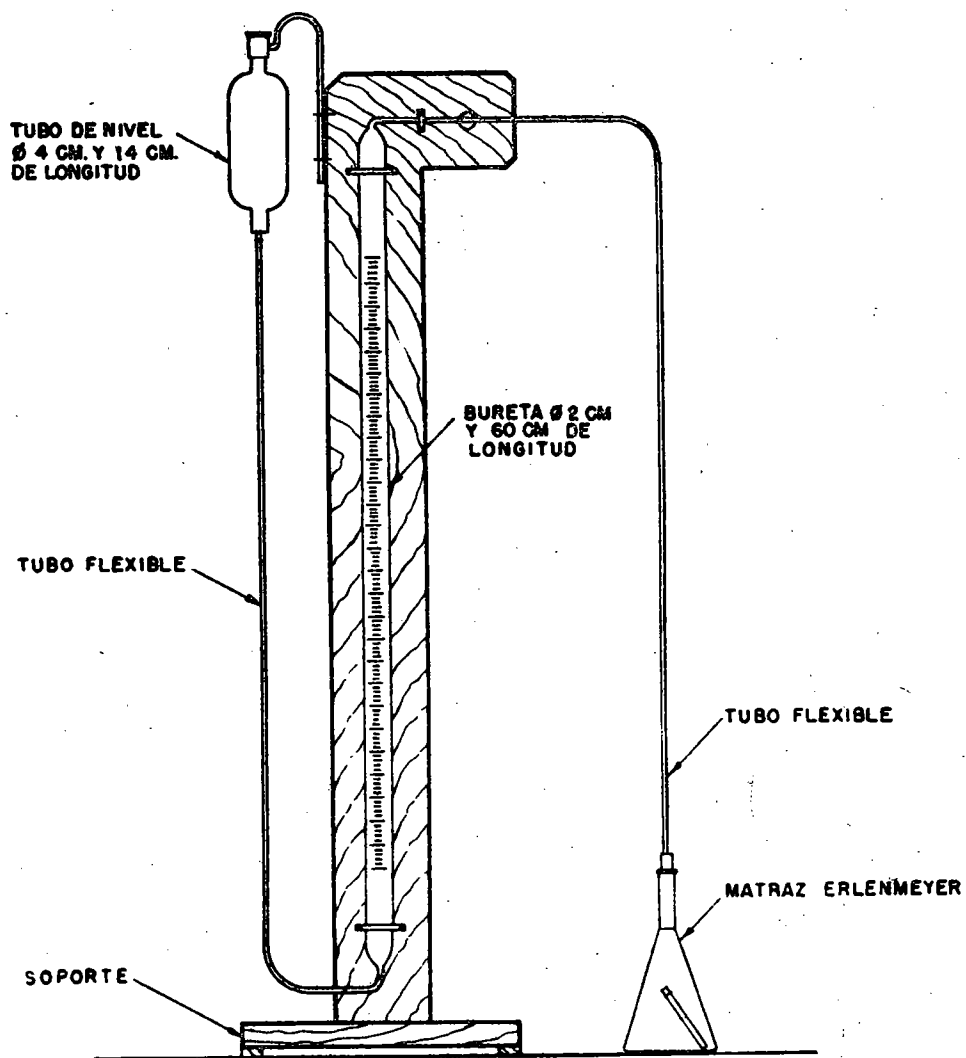
$$\% \text{ de carbonato cálcico} = \frac{0,2 \times v}{g \times V} \times 100$$

siendo:

- 0,2 = gramos de carbonato cálcico empleado en el tarado.
- v = cc. de anhídrido carbónico medido en el ensayo de la muestra.
- g = gramos de muestra ensayada.
- V = cc. de anhídrido carbónico medido en el ensayo de tarado con CO_2Ca .

5. OBSERVACIONES

- 5.1. La operación de tarado es necesario hacerla siempre que cambie la temperatura ambiente o la presión atmosférica. En general se hace para cada jornada de trabajo e incluso se repite dentro de cada jornada si por efecto de la calefacción en invierno o del sol en verano varía la temperatura ambiente.
- 5.2. En este método se supone que los carbonatos presentes están en forma de CO_2Ca . Sin embargo, debe tenerse en cuenta que pueden existir carbonatos de otros elementos. Por esta razón, el contenido en carbonatos de una muestra se expresa, a veces, en % de anhídrido carbónico (CO_2). Para ello basta multiplicar el resultado obtenido en el apartado A.2 por el coeficiente 0,44.



CALCIMETRO DE BERNARD