

PL2 - DETERMINAÇÃO DA PRESENÇA DE CARBONATOS E DE GESSO EM EFLORESCÊNCIAS

Marcela L. Cedrola y A. Elena Charola

Metodologia:

O teste se baseia na separação do resíduo insolúvel que possa sobrar ao tratar de dissolver uma amostra na água. A presença de carbonatos se evidencia, tanto na solução, como no resíduo separado por filtração, na efervescência que produzem com um ácido, pois liberam anidrido carbônico (CO_2). A presença de um resíduo insolúvel em água, que não libere borbulhas, pode indicar a presença de gesso (sulfato de cálcio dihidratado, $(\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$), o que se pode confirmar, uma vez dissolvido, por sua recristalização ao esquentar a amostra.

Materiais a utilizar:

Água destilada ou deionizada;

Ácido clorídrico 1:1 (HCl 6 M) ou ácido acético 7 M (em caso de emergência pode utilizar-se vinagre);

Hidróxido de sódio, solução diluída 8% p/v (NaOH 2 M);

Pipeta Pasteur ou conta gotas;

Vidro de relógio pequeno/papelão preto;

Micro-espátula;

Lupa;

Recipiente com tampa para a água;

Tubos de ensaio (hemólises).

Nota:

A água destilada ou deionizada deve ser fervida antes do teste por pelo menos 5 minutos, para eliminar todo o dióxido de carbono que possa estar dissolvido. Logo se deve deixar esfriar num recipiente cheio até a borda com esta água e bem fechado, para evitar a incorporação de CO_2 .

Princípio:

Os carbonatos podem apresentar-se em eflorescências tanto como sais solúveis, como o caso dos de sódio e potássio (Na_2CO_3 , K_2CO_3), ou como concreções (às vezes misturados com a eflorescência) de calcita (carbonato de cálcio, CaCO_3). Portanto, quando se colhe uma amostra e se trata de dissolvê-la, deve-se observar para verificar se permanece algum resíduo insolúvel. Neste caso, separa-se com todo cuidado, o líquido do sedimento insolúvel e se põe num tubo ou em uma placa de toque. Ali se adiciona ao líquido, gotas de ácido e, com uma lupa, se observa se são produzidas borbulhas de anidrido carbônico. Isso indicaria a presença de carbonatos solúveis, geralmente de sódio, Na_2CO_3 , ou de potássio, K_2CO_3 .

Se ao resíduo da solução for adicionado um álcali (hidróxido de sódio) e aquecido, se houver íons amônio presentes, se desprenderia amoníaco (NH_3), identificado pelo odor característico. A presença de cátions amônio é, em geral, devida à presença de microorganismos e está relacionada com a presença de nitratos.



O resíduo insolúvel se trata com um ácido, se é necessário aquece-se um pouco e se observa a formação de borbulhas. Isto confirmaria a presença de um carbonato insolúvel, sendo o mais comum o carbonato de cálcio. Não havendo eflorescência, se procede ao aquecimento da amostra até quase a ebulição e depois se deixa esfriar lentamente. A formação de umas finas agulhas brancas confirma a presença de gesso (sulfato de cálcio dihidratado, $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$).

Procedimento:

Com a espátula se extrai uma pequena amostra e se coloca num tubo de ensaio que contenha água destilada ou deionizada, previamente fervida e esfriada nas condições anteriormente descritas. Dissolve-se a amostra agitando o tubo com a espátula, mas sem produzir borbulhas durante a movimentação. Separa-se um pouco do líquido da solução e se depositam umas gotas deste no vidro do relógio. Adicionam-se algumas gotas de ácido clorídrico (HCl 6 M) e se observa com a lupa o aparecimento de borbulhas. Esta observação confirmaria a presença de carbonatos solúveis.

Se permanecer no tubo um resto insolúvel, separa-se este da solução, que é passada para um tubo de ensaio pequeno, enquanto que o sólido se coloca no vidro de relógio.

A solução se trata com algumas gotas de hidróxido de sódio 2 M (8% p/v) e se aquece levemente. O odor de amoníaco (NH_3) confirma a presença de íons amônio.

Ao resíduo sólido se adicionam algumas gotas do HCl 6 M e observa-se com a lupa; o desprendimento de borbulhas de CO_2 , como no caso anterior, confirma a presença de um carbonato insolúvel, quase sempre carbonato de cálcio (CaCO_3).

No caso de não reagir se dissolve a amostra insolúvel, esquentando-a até quase a ebulição e logo se esfria lentamente. Se, na medida em que for esfriando, se observar a formação de cristais com forma de agulhas, de tamanho considerável, se avalia a prova de identificação de gesso como positiva (sulfato de cálcio dihidratado, $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$).

Nota:

É importante considerar que um resultado negativo não é indicativo da ausência do íon ou do composto que se tratava de determinar, mas que sua concentração está abaixo do limite de detecção pelo teste.

