

PL2 - DETERMINACIÓN DE LA PRESENCIA DE CARBONATOS Y DEL YESO EN EFLORESCENCIAS

Marcela L. Cedrola y A. Elena Charola

Metodología:

El ensayo se basa en la separación del residuo insoluble que pueda quedar al tratar de disolver la muestra con agua. La presencia de carbonatos se evidencia, tanto en la solución, como en el residuo separado por filtración, en la efervescencia que producen con un ácido, pues liberan anhídrido carbónico (CO_2). La presencia de un residuo insoluble en agua que no libere burbujas puede indicar la presencia de yeso (sulfato de calcio dihidratado, $(\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$), y se puede confirmar, una vez disuelto, por su recristalización al calentar la muestra.

Materiales a utilizar:

Agua destilada/desionizada;

Acido clorhídrico 1:1 (HCl 6 M) o ácido acético 7 M (en caso de emergencia puede utilizarse vinagre);

Hidróxido de sodio, solución diluida 8% p/v (NaOH 2 M);

Pipeta Pasteur o gotero;

Portaobjetos excavado / cartón negro o pequeño vidrio de reloj;

Micro-espátula;

Lupa;

Recipiente con tapa para el agua;

Tubos de hemólisis.

Nota:

El agua destilada o desionizada debe ser hervida previamente al ensayo al menos por 5 minutos, para eliminar todo el dióxido de carbono que pudiera estar disuelto. Luego se debe dejar enfriar en un recipiente lleno hasta el tope con esta agua y bien cerrado para evitar incorporación del CO_2 .

Principio:

Los carbonatos pueden presentarse en eflorescencias tanto como sales solubles, tal el caso de los de sodio y potasio (Na_2CO_3 , K_2CO_3) o como concreciones (a veces mezclada con la eflorescencia) de calcita (carbonato de calcio, CaCO_3). Por lo tanto, cuando se toma la muestra y se trata de disolver, se debe prestar atención si es que queda un residuo insoluble. En ese caso, se separa el líquido con todo cuidado del sedimento insoluble y se pone en un tubo o en una placa de toque. Allí se adiciona al líquido unas gotas de ácido y con una lupa se observa si se desarrollan burbujas de anhídrido carbónico. Eso indicaría la presencia de carbonatos solubles, generalmente de sodio, Na_2CO_3 , o de potasio, K_2CO_3 .

Si al residuo de la solución se le adiciona un álcali (hidróxido de sodio) y se calienta un poco, de haber iones amonio presentes se desprendería amoníaco (NH_3) que se identifica por su olor característico. La presencia de cationes amonio es en general debida a la presencia de microorganismos y está relacionada con la presencia de nitratos.



El residuo insoluble se trata con un ácido, si es necesario se calienta un poco y se observa si hay formación de burbujas. Esto confirmaría la presencia de un carbonato insoluble, siendo el más común el carbonato de calcio. De no haber eflorescencia, se procede a calentar la muestra hasta casi ebullición, luego se deja enfriar lentamente. La formación de unas finas agujas blancas confirma la presencia del yeso (sulfato de calcio dihidratado, $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$).

Procedimiento:

Con la espátula se toma una pequeña muestra, y se la deposita en un tubo de ensayo que contiene agua destilada o desionizada, previamente hervida y enfriada en las condiciones antes descritas. Se trata de disolver la muestra agitando un poco el tubo con la espátula, pero sin producir burbujas en la agitación. Se separa un poco del líquido de la solución y se depositan unas gotas de éste en el vidrio de reloj o el portaobjetos excavado. Se le agregan un par de gotas del ácido clorhídrico (HCl 6 M) y se observa con la lupa la aparición de burbujas. Esta observación confirmaría la presencia de carbonatos solubles.

Si quedase en el tubo un resto insoluble, se lo separa de la solución que se pasa a un tubo de ensayo pequeño, mientras que el sólido se pasa a un vidrio de reloj.

La solución se trata con unas gotas de hidróxido de sodio 2 M (8% p/v) y se calienta levemente. El olor a amoníaco (NH_3) confirma la presencia de iones amonio.

Al residuo sólido se le agregan unas gotas del HCl 6 M y se observa con la lupa, el desprendimiento de burbujas de CO_2 , como en el caso anterior, confirma la presencia de un carbonato insoluble, casi siempre carbonato de calcio (CaCO_3).

En caso de no reaccionar se disuelve la muestra insoluble, calentándola hasta casi ebullición, y luego se la enfría lentamente. Si, a medida que se va enfriando, se observa la aparición de cristales con forma de agujas, de tamaño considerable, se considera positiva la prueba de identificación de yeso (sulfato de calcio dihidrato, $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$).

Nota:

Es importante tener en cuenta que un resultado negativo no es indicativo de la ausencia del ión o del compuesto que se trataba de determinar, sino que su concentración está debajo del límite de detección del ensayo.

