

PL3 - DETERMINAÇÃO DA PRESENÇA DE SULFATOS E CLORETOS POR REAÇÕES DE TOQUE

Marcela L. Cedrola y A. Elena Charola

Metodologia:

O ensaio se realiza utilizando soluções reagentes específicas, para detectar a presença de ânions sulfatos (SO_4^{2-}) e cloretos (Cl^-).

Materiais a utilizar:

Tubos de ensaio de vidro;

Água destilada ou deionizada;

Bisturi;

Placa de toque;

Pipeta ou seringa (para medir pequenos volumes de água);

Bastão de vidro;

Vidro de relógio;

Reagentes para a determinação de sulfatos:

- Solução de cloreto de bário 2 Molar (BaCl_2 2 M) ou a 5% peso/vol;

- Solução de ácido clorídrico 3 Molar (HCl 3 M);

Reagentes para a determinação de cloretos:

- Solução de nitrato de prata 0,2 Molar (AgNO_3 0,2 M);

- Solução de ácido nítrico 8 Molar (HNO_3 8 M).

Nota:

A solução de nitrato de prata deve ser conservada em frasco de cor âmbar, uma vez que se decompõe com a luz. As soluções de ácido nítrico devem ser conservadas em recipiente de vidro bem fechado e em condições ambientais adequadas. As de ácido clorídrico devem ser conservadas em recipientes apropriados para ácidos.

Princípio:

Os sais mais comuns nas eflorescências são os formados pelos ânions cloreto, sulfato e nitrato. Como a presença de nitratos não causa tantos problemas e considerando que sua identificação não é tão simples, somente se identificarão os ânions cloreto e sulfato.

Tanto os sulfatos como os cloretos também podem formar compostos (sais) insolúveis. Esta propriedade se utiliza para sua identificação, uma vez que estes ânions formam, na presença de determinados cátions, depósitos de cor branca, insolúveis, e cuja aparição nos permite identificar a presença dos mesmos. Os sulfatos reagem com o cátion bário (Ba^{2+}) para formar o sulfato de bário insolúvel. Os cloretos reagem com o cátion prata (Ag^+) para formar o cloreto de prata insolúvel.

É por isso que, ao colocar em contato uma solução aquosa da nossa amostra-problema com reagentes que contenham estes cátions específicos, poderemos identificar a presença destes, se observarmos o aparecimento do característico depósito branco.



Procedimento:

A amostra a ser utilizada para o ensaio pode ser: a eflorescência salina sobre um material, uma amostra pulverizada do material (seja pedra ou argamassa), ou a extração aquosa de uma compressa. A eflorescência salina se obtém pela raspagem da superfície com um bisturi, recolhendo o pó sobre um papel manteiga ou um vidro de relógio.

Para um ensaio qualitativo, a amostra se coloca em um tubo de ensaio e se dissolve diretamente com um pouco de água destilada.

Determinação da presença de Sulfatos:

Em um tubo de ensaio pequeno depositar a amostra à qual se adicionam de 5 a 8 gotas de água destilada ou deionizada para dissolvê-la. Uma vez dissolvida, adicionar algumas gotas de ácido clorídrico, HCl 3 M, assegurando-se que a solução esteja acidificada por meio de um papel de tornasol. Com um conta-gotas ou uma pipeta Pasteur tomar uma gota desta solução e colocar na cavidade da placa de toque, adicionando duas gotas da solução de cloreto de bário, BaCl₂ 2 M esperando alguns minutos, para o aparecimento do depósito. Observar com a lupa. A presença de depósitos brancos, de turvação ou opacidade da água é considerada como uma reação positiva para a identificação de sulfatos.

Determinação da presença de Cloretos:

Uma vez obtida a amostra, depositar em um tubo de ensaio pequeno e adicionar aproximadamente 5 a 8 gotas de água deionizada ou destilada para dissolvê-la. Uma vez dissolvida, adicionar duas gotas da solução de ácido nítrico, HNO₃ 8 M, a fim de acidificar a solução.

A seguir extrair com um conta-gotas, uma pipeta Pasteur ou um tubo capilar uma gota desta solução e deposita-la na placa de toque. Depois adicionar, também com conta-gotas, uma gota da solução de nitrato de prata, AgNO₃ 0,2 Molar. Observar com a lupa a formação do depósito branco característico.

Observação:

Antes de realizar o ensaio, deve-se estar seguro de que a água a ser utilizada não contenha nenhum dos sais procurados. Para isso deve-se realizar o mesmo ensaio com as soluções reativas sobre a água destilada ou deionizada a ser utilizada. Isso se denomina um ensaio-em-branco.

Se o resultado for positivo para qualquer dos sais, essa água NÃO pode ser utilizada para realizar o ensaio sobre as amostras.

Como se usam soluções reativas específicas, e para se assegurar de que os reagentes estão em condições, antes do ensaio com a amostra-problema deve-se fazer um teste com uma solução que contenha o ânion a ser procurado. A isto se chama de ensaio-testemunho e serve também para comprovar o procedimento utilizado.

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 do teste. A sensibilidade dos diferentes ensaios é variável e o mais sensível é o ensaio para o ânion sulfato, pois o sulfato de bário que se utiliza na sua identificação é um dos sais mais insolúveis.

