

PL3 - DETERMINACIÓN DE LA PRESENCIA DE SULFATOS Y CLORUROS POR REACCIONES DE TOQUE

Marcela L. Cedrola y A. Elena Charola

Metodología:

El ensayo se realiza utilizando soluciones reactivas específicas, para detectar la presencia de aniones sulfatos (SO_4^{2-}) y cloruros (Cl^-).

Materiales a utilizar:

Tubos de ensayo de vidrio;

Agua destilada ou desionizada;

Bisturí;

Placa de toque o portaobjetos excavado;

Pipeta o jeringa (para medir pequeños volúmenes de agua);

Varilla de vidrio;

Vidrio de reloj;

Reactivos para la determinación de sulfatos:

- Solución de cloruro de bario 2 Molar (BaCl_2 2 M) ó al 5% peso/vol;

- Solución de ácido clorhídrico 3 Molar (HCl 3 M);

Reactivos para la determinación de cloruros:

- Solución de nitrato de plata 0,2 Molar (AgNO_3 0,2 M);

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

Nota:

La solución de nitrato de plata debe ser guardada en frasco color caramelo ya que se descompone a la luz. Las soluciones de ácido nítrico deben guardarse en un recipiente de vidrio bien cerrado y en condiciones ambientales adecuadas. Las de ácido clorhídrico deben ser guardadas en un recipiente apropiado para ácidos.

Principio:

Las sales más comunes en las eflorescencias son las formadas por los aniones cloruro, sulfato y nitrato. Cómo la presencia de nitratos no acarrea tantos problemas y dado que su identificación no es tan sencilla, sólo se identificarán los aniones cloruro y sulfato.

Tanto los sulfatos como los cloruros también pueden formar compuestos (sales) insolubles. Esta propiedad se aprovecha para su identificación, ya que estos aniones forman, en presencia de determinados cationes, unos precipitados de color blanco, insolubles y cuya aparición nos permite identificar la presencia de los mismos. Los sulfatos reaccionan con el catión bario (Ba^{++}) para formar el sulfato de bario insoluble. Los cloruros reaccionan con el catión plata (Ag^+) para formar el cloruro de plata insoluble.

Es por ello que al poner en contacto una solución acuosa de nuestra muestra problema con reactivos que contengan estos cationes específicos, podremos identificar la presencia de éstos, si observamos la aparición del precipitado blanco característico.



Procedimiento:

La muestra a utilizar para el ensayo puede ser: la eflorescencia salina sobre un material, una muestra pulverizada del material (ya sea piedra o mortero), o la extracción acuosa de una compresa. La eflorescencia salina se obtiene por raspado de la superficie con un bisturí y recogiendo el polvo sobre un papel manteca o un vidrio de reloj.

Para un ensayo cualitativo, la muestra se echa en un tubo de ensayo y se disuelve directamente con un poco de agua destilada.

Determinación de la presencia de Sulfatos:

En un tubo de ensayo pequeño se deposita la muestra a la que se le adicionan unas 5 a 8 gotas de agua destilada/desionizada para disolver la muestra. Una vez disuelta, se le agregan unas pocas gotas de ácido clorhídrico, HCl 3 M, asegurándose que la solución está acidificada mediante un papel de tornasol. Con un gotero o una pipeta Pasteur se toma una gota de esta solución y se la coloca en la cavidad de la placa de toque, adicionándole entonces dos gotas de la solución de cloruro de bario, BaCl_2 2 M, y se espera unos minutos, para la aparición del precipitado. Se observa con la lupa. La presencia de un precipitado blanco o de una opalescencia o enturbiamiento blanco se considera como una reacción positiva para la identificación de sulfatos.

Determinación de la presencia de Cloruros:

Una vez obtenida la muestra, se la deposita en un tubo de ensayo pequeño y se le adicionan aproximadamente de 5 a 8 gotas de agua desionizada o destilada para disolverla. Una vez disuelta, se le adicionan dos gotas de la solución de ácido nítrico, HNO_3 8 M, a fin de acidificar la solución.

Luego se toman con un gotero, una pipeta Pasteur o un tubo capilar, una gota de esta solución y se la deposita en la placa de toque. Entonces se le adiciona, también con gotero, una gota de la solución de nitrato de plata, AgNO_3 0,2 Molar. Se observa con la lupa la formación del precipitado blanco característico.

Observación:

Antes de realizar el ensayo se debe estar seguro que el agua a utilizar no contenga ninguna de las sales que se buscan. Para ello se debe realizar el mismo ensayo con las soluciones reactivas, sobre el agua destilada o desionizada a utilizar. Esto se denomina un ensayo en blanco.

Si el resultado fuera positivo para cualquiera de las sales, esa agua NO puede ser utilizada para realizar el ensayo sobre las muestras.

Como se usan soluciones reactivas específicas, y para asegurarse que los reactivos están en condiciones se debe hacer, previamente al ensayo con la muestra problema, una prueba con una solución que contenga el anión a investigar. Esto se llama un ensayo testigo y sirve también para comprobar el procedimiento utilizado.

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. La sensibilidad de los distintos ensayos es variable, y el más sensitivo es el ensayo para el anión sulfato, pues el sulfato de bario que se utiliza para su identificación es una de las sales más insolubles.

