Sapienza Università di Roma

Facoltà di Farmacia e Medicina

Anno Accademico 2018/2019

**Corso di Laurea in Farmacia**

**Corso di Analisi Chimico-Farmaceutica e Tossicologica I (A-L)**

**Dott. Sergio Valente**

Esercitazione di Laboratorio n.8 – 10 Dicembre 2018

**Analisi sistematica dei cationi: VI gruppo**

***Premessa***

Se erano presenti cationi del V gruppo la soluzione deve essere liberata da eventuali tracce di metalli alcalino-terrosi ancora presenti e dai sali ammoni+acali: pertanto si tratta la soluzione con (NH4)2SO4 (2 gocce) e (COONH4)2 (4-6 gocce) riscaldando alcuni minuti a bagnomaria. Se si ha un precipitato si centrifuga e si scarta il precipitato. Sulla soluzione finale si analizzano gli ioni Mg2+, Na+, K+ e Li+ presenti nel sesto gruppo della sistematica classica.

***Ricerca del Magnesio***

1. A 10 gocce della soluzione si addizionano 4-5 gocce di NaOH 2N e 1-2 gocce di una soluzione di Magneson I. In presenza di magnesio si ha un finissimo precipitato azzurro (lacca azzurra).
2. A 10 gocce della soluzione si addizionano 2-3 gocce di NH3 conc. e 7-8 gocce di una soluzione di Na2HPO4. Una lenta formazione di un precipitato bianco di MgNH4PO4 dimostra presenza di magnesio:

Mg2+ + NH3 + Na2HPO4 MgNH4PO4 + 2Na+

***Ricerca del Sodio***

A 10 gocce della soluzione in provetta da centriguga si aggiunge KOH 2N fino a pH 12 circa. Si scalda a bagnomaria per 5 min. In caso di precipitato bianco (presenza di Mg(OH)2) si centrifuga e si scarta il precipitato. Alla soluzione si addizionano 8-10 gocce di K2H2Sb2O7 (poichè la soluzione di tale sale è instabile viene preparata al momento dell’uso sciogliendo una punta di spatola di K2H2Sb2O7 solido in circa 2-3 ml di H2O distillata). Riposando dalla soluzione si separano cristallini bianchi aderenti alle pareti (presenza di sodio).

2NaOH + K2H2Sb2O7 Na2H2Sb2O7 + 2KOH

***Ricerca del Potassio e del Litio***

A 10-15 gocce della soluzione in provetta da centrifuga si aggiunge NaOH 2N goccia a goccia fino a pH 12 circa. Si scalda a bagnomaria per 5 min. In caso di precipitato bianco (presenza di Mg(OH)2) si centrifuga e si scarta il precipitato.

***Potassio.***

Su una prima aliquota viene ricercato il potassio: si aggiunge CH3COOH 2N fino a pH 5 quindi 1-2 gocce di una soluzione di Co(NO3)2 seguita dall’aggiunta di una punta di spatola di NaNO2 solido. La formazione di un precipitato giallo (sale di Fisher) indica presenza di potassio.

Na3[Co(NO2)6] + 3CH3COOK K3[Co(NO2)6] + 3CH3COONa

***Litio.***

Su una seconda aliquota viene ricercato il litio: si aggiungono 5 gocce di Na2HPO4 seguite da 4 gocce di alcol etilico, quindi si scalda a bagnomaria e, in presenza di litio, si osserva una lenta precipitazione di Li3PO4 come solido bianco amorfo:

3LiOH + Na2HPO4 Li3PO4 + 2NaOH + H2O