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.7 – 10 Dicembre 2018

**Analisi sistematica dei cationi: V gruppo**

***Premessa***

Precipitano al quinto gruppo gli ioni che danno carbonati poco solubili in ambiente ammoniacale tamponato (pH= 8.5-9) quali Ca2+, Sr2+ e Ba2+ i quali vengono precipitati come carbonati: CaCO3 (bianco), SrCO3 (bianco), BaCO3 (bianco).

***Attacco cloridrico***

Porre circa 100 mg del campione in esame in una provetta da centrifuga, aggiungere circa 1.5 ml di HCl 2N e scaldare a bagnomaria bollente per circa 5 minuti agitando con una bacchetta di vetro di tanto in tanto. Si lascia raffreddare, se eventualmente presente solido precipitato, si centrifuga, il solido viene scartato mentre sulla soluzione si esegue la precipitazione seguente.

***Precipitazione dei carbonati***

Alla soluzione cloridrica così ottenuta aggiungere goccia a goccia ammoniaca concentrata sino a pH = 9 (controllare con la cartina all’indicatore universale; evitare un eccesso di ammoniaca). Aggiungere quindi 1-2 ml di (NH4)2CO3 2M e lasciare reagire per 10-15 minuti, agitando frequentemente. Si formerà lentamente un precipitato bianco contenente CaCO3, SrCO3 e BaCO3 secondo la seguente reazione (ad esempio per il Ca2+):

Ca2+ + (NH4)2CO3 CaCO3 + 2NH4+

Si scalda a bagnomaria a circa 60-70°C per 5 min. Quindi si centrifuga a freddo (3000 giri per 3 min.). La soluzione va analizzata al VI gruppo mentre sul precipitato si ricercano i cationi su riportati.

***Analisi dei cationi del V gruppo***

Porre una puntina di spatola del precipitato su di un vetrino ad orologio, aggiungere poche gocce di HCl 2N e saggiare alla fiamma per la ricerca di Ca (rosso mattone), Sr (rosso carminio) e Ba (verde chiaro).

Aggiungere al resto del precipitato circa 2 ml di acido acetico 2M (sviluppo di effervescenza!), e scaldare a bagnomaria bollente per 5 minuti per eliminare la CO2. Ad esempio:

CaCO3 + 2CH3COOH Ca2+ + 2CH3COO– + CO2 + H2O

Dopo raffreddamento, dividere la soluzione acetica limpida in 2 porzioni (A e B): in una si

cercherà il calcio e nell’altra lo stronzio ed il bario.

1. *Separazione e ricerca del calcio*

A 10-15 gocce della porzione A della soluzione acetica aggiungere circa 4-5 gocce di ammonio solfato 1M, e scaldare a bagnomaria per 5 minuti. Dopo raffreddamento, centrifugare la sospensione e scartare il precipitato, costituito da residuo dei solfati di stronzio e bario oltre ad una piccola quantità del solfato di calcio. Alla soluzione limpida aggiungere 4-5 gocce di ossalato d’ammonio soluzione satura ((NH4)2C2O4), e scaldare a bagnomaria per qualche minuto. In presenza di calcio si forma un precipitato bianco cristallino, finemente suddiviso, di ossalato di calcio:

Ca2+ + C2O4= Ca(C2O4)

Dopo raffreddamento, centrifugare la sospensione ottenuta, scartare la soluzione e confermare la presenza del calcio mediante saggio alla fiamma sul precipitato.

1. *Separazione e ricerca di stronzio e bario*

A 10-15 gocce della porzione B della soluzione acetica poste in una provetta da centrifuga aggiungere 10 gocce di reattivo di Caron (NH4)2Cr2O7. In presenza di bario, si ha la formazione di un precipitato giallo di BaCrO4:

CrO4= + Ba2+ BaCrO4

Centrifugare la sospensione ottenuta, separare la soluzione e confermare la presenza del bario

mediante saggio alla fiamma sul precipitato.

Aggiungere alla soluzione NH4OH 2N fino a colorazione gialla e 10-15 gocce di alcol etilico,

EtOH, e scaldare a bagnomaria. In presenza di stronzio, si ha la formazione di un precipitato

giallo di SrCrO4:

CrO4= + Sr2+ SrCrO4

Dopo raffreddamento, centrifugare la sospensione ottenuta, scartare la soluzione e confermare la presenza dello stronzio mediante saggio alla fiamma sul precipitato.