Sapienza Università di Roma

Facoltà di Farmacia e Medicina

Anno Accademico 2018/2019

**Corso di Laurea in CTF**

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

**Dott. Sergio Valente**

Esercitazione di Laboratorio n.5 – 26 Novembre 2018

**Analisi sistematica dei cationi: I gruppo**

***Premessa***

Nello schema classico di analisi di cationi il campione in esame viene innanzitutto portato in

soluzione mediante una tecnica appropriata. Dalla soluzione così ottenuta i differenti cationi

vengono separati progressivamente in gruppi analitici, attraverso reazioni di precipitazione che sfruttano le differenze di solubilità dei loro cloruri, solfuri, idrossidi e carbonati.

Il riconoscimento dei singoli cationi può così venir effettuato, attraverso saggi appropriati, nell’ambito di ciascun gruppo analitico, riducendo la possibilità di interferenze di altri cationi.

Il I gruppo comprende Ag+, Pb2+ e Hg22+, i quali vengono precipitati come cloruri insolubili:

AgCl (bianco), PbCl2 (bianco) e Hg2Cl2 (bianco).

***Attacco cloridrico***

Porre circa 150 mg del campione in esame in una provetta da centrifuga, aggiungere circa 3 mL di HCl 2N e scaldare in bagnomaria bollente per circa 5 minuti agitando con una bacchetta di vetro di tanto in tanto. Lasciare raffreddare e centrifugare per 2 minuti a 3000 giri, quindi separare il liquido sovrastante (che andrà analizzato al II gruppo). Il precipitato ottenuto è costituito dai cloruri di Ag(I), Pb(II) e Hg(I).

***Analisi sistematica dei cationi del I gruppo***

1. **Ricerca del Piombo**

Aggiungere al residuo solido circa 2 mL di H2O dist. e scaldare in bagnomaria per circa 5 min. Quindi si centrifuga a caldo per circa 1 min a 3000 giri, si separa la soluzione dal precipitato. La soluzione viene suddivisa in 3 porzioni su ognuna delle quali si effettua un singolo saggio di riconoscimento del Piombo:

1. *Saggio con H2SO4*

Addizionare alla prima porzione alcune gocce di acido solforico 2N. In presenza di piombo si forma un precipitato bianco di solfato di piombo:

PbCl2 + H2SO4 PbSO4 + 2HCl

Il solfato di piombo si ridiscioglie all’aggiunta di ammonio acetato:

PbSO4 + 2CH3COONH4 (CH3COO)2Pb + (NH4)2SO4

1. *Saggio con K2CrO4*

Aggiungere alla seconda porzione della soluzione 2-3 gocce di una soluzione di sodio acetato ed una goccia di soluzione di cromato di potassio. In presenza di piombo si forma immediatamente un precipitato giallo di cromato di piombo:

PbCl2 + K2CrO4 PbCrO4 + 2KCl

Il cromato di piombo si ridiscioglie in soluzioni di acidi e basi forti secondo le reazioni:

PbCrO4 + 2HCl PbCl2 + H2CrO4

PbCrO4 + 4KOH K2Pb(OH)4 + K2CrO4

1. *Saggio con KI*

Aggiungere alla terza porzione della soluzione una goccia di soluzione di ioduro di potassio. In presenza di piombo si forma immediatamente un precipitato giallo di ioduro di piombo:

PbCl2 + 2KI PbI2 + 2KCl

Che, per aggiunta di un eccesso di KI, si ridiscioglie per formazione del complesso tetraiodopiombato:

PbI2 + 2KI [PbI4]2- + 2K+

1. **Ricerca dell’Argento**

Al primo residuo solido si aggiunge circa 1 mL di ammoniaca concentrata e si agita a lungo con una bacchetta di vetro.

L’argento, se presente, passa in soluzione sotto forma di ione complesso diamminoargento(I):

AgCl + 2NH3 [Ag(NH3)2]+ + Cl–

Dopo centrifugazione, decantare la soluzione (l’eventuale residuo verrà utilizzato per la ricerca degli altri componenti del gruppo) e dividerla in 2 porzioni:

1. *Saggio con HNO3 concentrato*

Su di una porzione di soluzione ammoniacale si ricerca l’argento aggiungendo goccia a goccia, con cautela, l’acido nitrico concentrato, sin che l’ambiente risulta nettamente acido (controllare con cartina all’indicatore universale). In tali condizioni si effettua l’idrolisi del ligando (NH3), lo ione diamminoargento(I) viene distrutto e l’argento, se presente, precipita nuovamente sotto forma di cloruro (precipitato bianco caseoso):

[Ag(NH3)2]+ + 2H+ + Cl– 2NH4+ AgCl

1. *Saggio con KI*.

Ad un’altra porzione di soluzione ammoniacale aggiungere 2-3 gocce di soluzione di ioduro di potassio. In presenza di argento ha luogo la formazione di un precipitato giallino di ioduro di argento:

[Ag(NH3)2]+ + I– AgI + 2NH3

1. **Ricerca del Mercurio**

Se nel primo residuo è presente mercurio(I), questo ha reagito con l’ammoniaca concentrata, aggiunta durante la ricerca dell’argento, disproporzionando a cloroammiduro di mercurio(II) (bianco) e mercurio elementare (nero), che conferma la presenza di mercurio(I):

Hg2Cl2 + 2NH3 Hg + HgNH2Cl2 + NH4Cl