

Sostanze Organiche FU X

SOSTANZA	p.f.	SAGGIO FU
Clorocresolo (Cl)	64-67 °C	C
Vanillina	81-84°C	D
Benzocaina (N)	89-92 °C	D
Propile p-idrossibenzoato	96-99 °C	D
Fruttosio	100 °C (dec)	B, C, D
Aminofenazone (N)	107-109 °C	B, C
Fenazone (N)	109-113 °C	C, D
Acido Benzoico	122-4 °C	B
Metile p-idrossibenzoato	125-128 °C	D
Nicotinamide (N)	128-131 °C	C
Fenacetina (N)	134-137 °C	D
Acido Acetilsalicilico	143 °C	B, D
Glucosio	146 °C (dec)	C
Acido Citrico	153°C (dec)	A, D
Procaina cloridrato (N, Cl)	154-158 °C	D, E, F
Acido Salicilico	158-161 °C	C
Procainammide cloridrato (N, Cl)	167-169 °C	A, D
Acido Tartarico	168-170 °C	A, B
Paracetamolo (N)	168-172 °C	D
Isoniazide (N)	170-174 °C (dec)	C
Saccarosio	186 °C (dec)	C
Acido Ascorbico	190 °C (dec)	C, D
Sulfaguanidina (N, S)	190-193 °C	B, C
Sulfatiazolo (N, S)	200-203 °C	D, E
Lattosio	202-203 °C	C
Caffeina (N)	234-239 °C	C, F
Sulfamerazina (N, S)	235 °C (dec)	D

Sostanze Metallorganiche FU X

SOSTANZA	SAGGIO FU
Bismuto Salicilato Basico	A, B
Calcio Lattato	B, C
Calcio Pantotenato (N)	C, D
Litio Citrato	A, C
Magnesio Acetato	A, B
Magnesio Aspartato Acido (N)	A, B, C
Potassio Acetato	A, B
Potassio Aspartato Acido (N)	A, B, C
Potassio Citrato	A, B
Sodio Acetato	A, B
Sodio Amminosalicilato (N)	B, C, E
Sodio Benzoato	A, B
Sodio Calcio Edetato (N)	B, D, E
Sodio Citrato	A, B
Sodio Edetato (N)	B, D
Sodio Salicilato	B, C

Sostanze Inorganiche FU X

SOSTANZA	SAGGIO FU
Bario Solfato	A, B
Bismuto Carbonato Basico	A, B
Calcio Carbonato	A, B
Calcio Cloruro	A, B
Ferro (II) Solfato	A, B
Litio Carbonato	A, B, C
Magnesio Carbonato	A, B
Magnesio Solfato	A, B
Potassio alluminio solfato (Allume)	A, B
Potassio Cloruro	A, C
Potassio Ioduro	A, C
Sodio Bromuro	A, B
Sodio Bicarbonato	A, B, C
Sodio Carbonato	A, B, C
Sodio Cloruro	A, C
Sodio Ioduro	A, C
Sodio Fosfato Dibasico	A, C, D
Sodio Solfato	A, B
Sodio Tiosolfato	A, D
Titanio Diossido	A, B
Zinco Ossido	A, B
Zinco Solfato	A, B

Riconoscimento sostanza incognita FU

1° step → Calcinazione

Non si deve eseguire, sulla provetta viene indicato il tipo di campione:
Inorganico
Organico
Metallorganico

Sostanza organica

Saggio di Lassaigne
Determinazione del pf
Prove di solubilità
Carattere acido/base
Saggi di riconoscimento

Non si deve eseguire, sulla provetta sono indicati gli eteroatomi

Sostanza metallo-organica

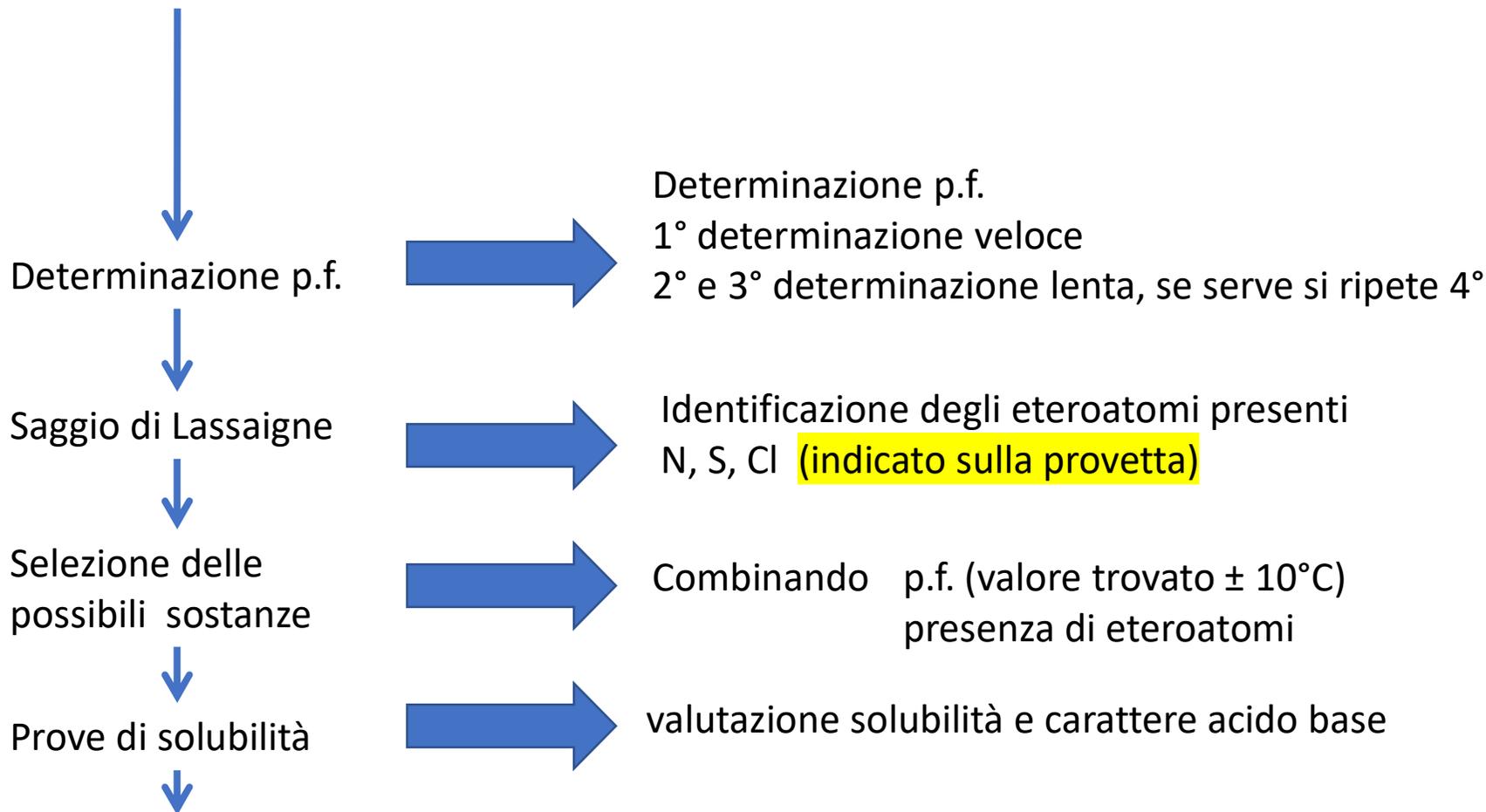
Saggio di Lassaigne
Identificazione catione metallico
Prove di solubilità
Saggi di riconoscimento

Sostanza inorganica

Identificazione catione metallico
Prove di solubilità
Carattere acido/base
Saggi di riconoscimento

Riconoscimento sostanza incognita FU

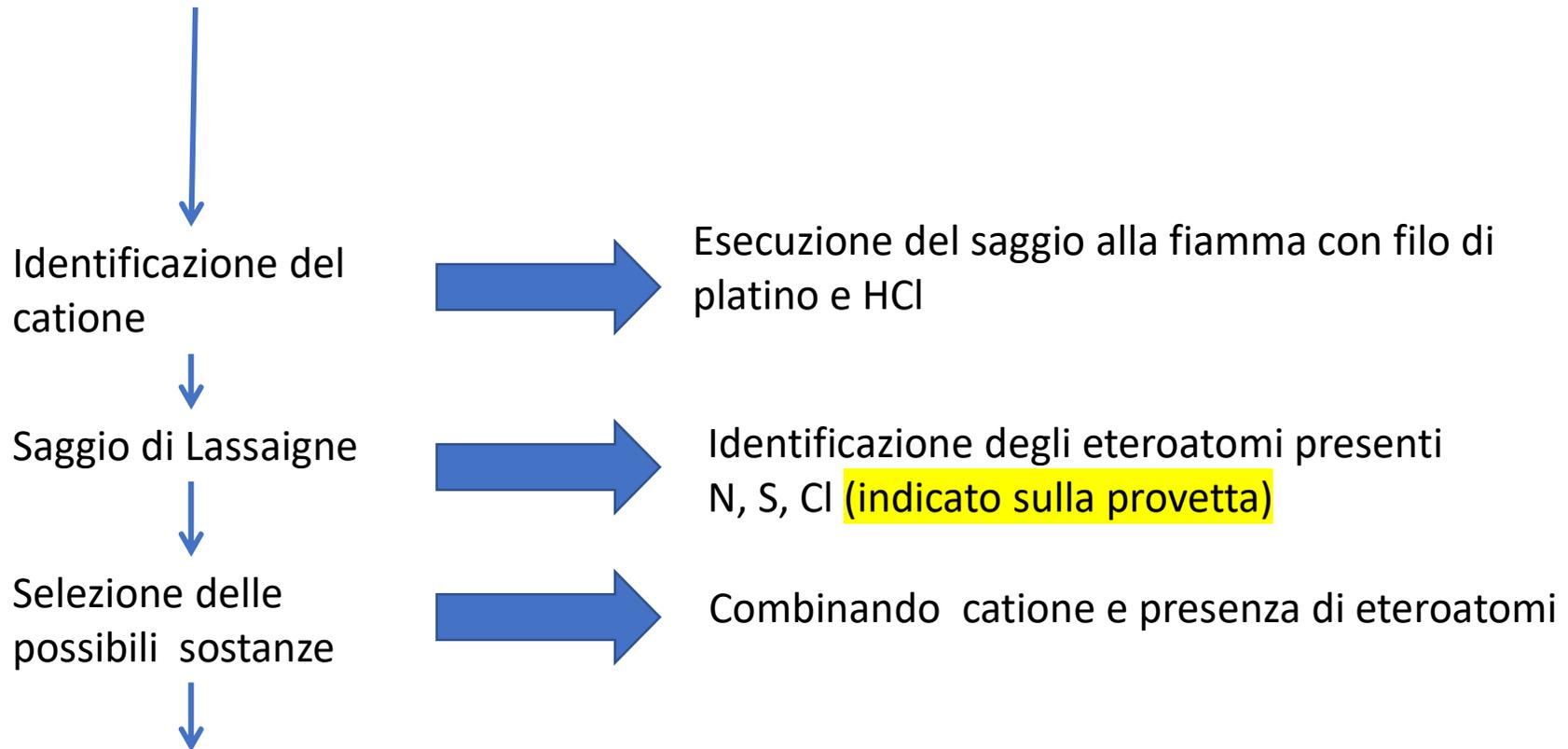
Sostanza organica



Tra i composti selezionati, in base al p.f., eteroatomi presenti, solubilità e carattere acido/base, si Identifica la sostanza incognita mediante i saggi di riconoscimento indicati in FU

Riconoscimento sostanza incognita FU

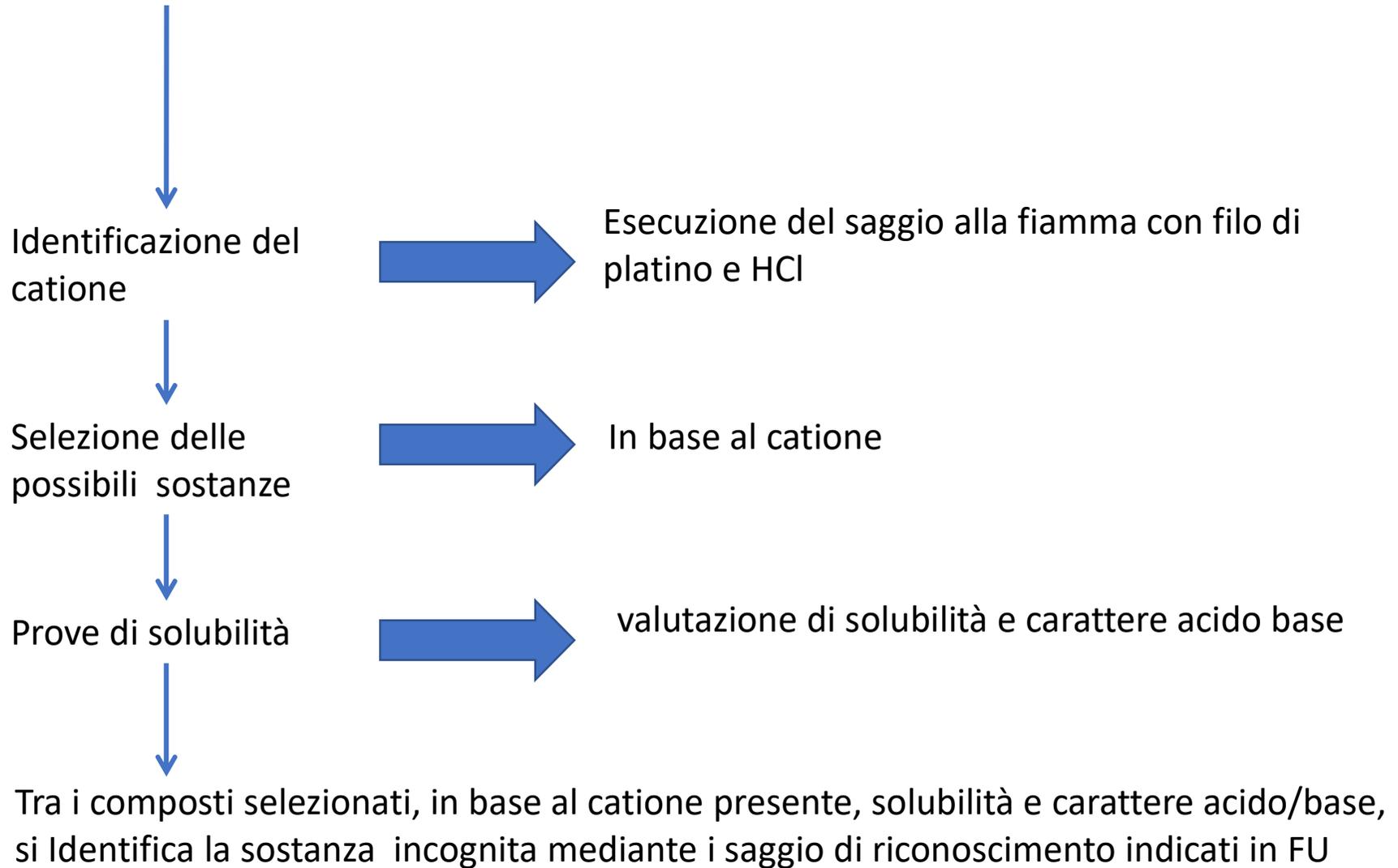
Sostanza metallo-organica



Tra i composti selezionati, in base al catione e agli eteroatomi presenti si Identifica la sostanza incognita mediante i saggio di riconoscimento indicati in FU

Riconoscimento sostanza incognita FU

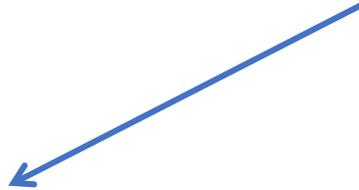
Sostanza inorganica



Riconoscimento sostanza incognita FU.....Es 1



Sostanza organica, Assenza di eteroatomi



Determinazione p.f.



Determinazione p.f.

1° deter. Veloce = 157-159°C

2° deter. lenta.... = 151-153°C

3° deter. lenta.... = 150-152°C

Selezione delle possibili sostanze → intervallo da considerare (150-10 , 153+10)

Prendo in considerazione tutte le sostanze con p.f. tra 140°C e 163°C

- Ac acetil salicilico pf 141-144°C
- Ac. citrico anidro pf 153-154°C
- Glucosio anidro pf 153-156°C (dec)
- Procaina cloridrato 154-158°C → da escludere per la presenza di N e Cl
- Ac. salicilico pf 158-161°C

Prove di solubilità



solubile in H₂O → misura del pH → acido
poco solubile in etere

Si scartano:

ac. Acetil salicilico → solubile in etere e poco solubile in acqua

Glucosio anidro → solubile in H₂O e con carattere neutro

Ac. Salicilico → poco solubile in acqua e molto solubile in etere.

Rimane:

Ac. Citrico anidro → si effettuano i saggi di riconoscimento indicati in tabella (A, D)

IDENTIFICAZIONE

Prima identificazione: B, E.

Seconda identificazione: A, C, D, E.

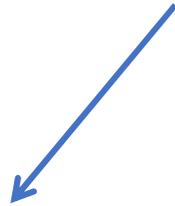
- A. Disciogliere 1 g in 10 ml di *acqua R*. La soluzione è fortemente acida (2.2.4).
- B. Esaminare mediante spettrofotometria di assorbimento infrarosso (2.2.24), in confronto con lo spettro ottenuto con *acido citrico anidro SCR* dopo essiccamento sia della sostanza in esame che della sostanza di riferimento a 100-105 °C per 24 h.
- C. Aggiungere circa 5 mg ad una miscela di 1 ml di *anidride acetica R* e 3 ml di *piridina R*. Si sviluppa una colorazione rossa.

- D. Disciogliere 0,5 g in 5 ml di *acqua R*, neutralizzare usando *sodio idrossido 1 M* (circa 7 ml), aggiungere 10 ml di *calcio cloruro soluzione R* e scaldare all'ebollizione. Si forma un precipitato bianco.

Riconoscimento sostanza incognita FU.....Es 2



Sostanza metallo-organica, Assenza di eteroatomi



Saggio alla fiamma

Se necessario con HCl conc. sotto cappa



Identificazione del K

Selezione delle possibili sostanze: si considerano solo i Sali di K

- Potassio acetato
- Potassio aspartato acido → da escludere per la presenza di N
- Potassio citrato
- Potassio sorbato

Verificare sulle monografie FU se ci sono caratteristiche di solubilità che possono differenziare le sostanze



tutte le sostanze sono indicate come solubilissime in acqua e insolubili in alcool etilico e etere → inutile effettuare le prove di solubilità



Si effettuano i saggi di riconoscimento della FU indicati nella tabella delle sostanze metallorganiche per i composti selezionati

Potassio acetato	→	saggio A
Potassio citrato	→	saggio A
Potassio sorbato	→	saggio C

POTASSIO ACETATO

Kalii acetat

$C_2H_3KO_2$

M_r 98,1

DEFINIZIONE

Il potassio acetato contiene non meno del 99,0 per cento e non più dell'equivalente del 101,0 per cento di $C_2H_3KO_2$, calcolato con riferimento alla sostanza essiccata.

CARATTERI

Polvere cristallina bianca o cristalli incolori, deliquescenti, solubilissimi in acqua, molto solubili in alcool.

IDENTIFICAZIONE

A. Dà la reazione caratteristica (a) degli acetati (2.3.1).



2.3. IDENTIFICAZIONE

2.3.1. REAZIONI DI IDENTIFICAZIONE DEGLI IONI E DEI GRUPPI FUNZIONALI

ACETATI

a) Scaldare la sostanza in esame con una eguale quantità di *acido ossalico R*. Si sviluppano vapori aventi reazione acida (2.2.4), con l'odore caratteristico di acido acetico.

POTASSIO CITRATO

Kalii citras

$C_6H_5K_3O_7 \cdot H_2O$

M_r 324,4

DEFINIZIONE

Il potassio citrato contiene non meno del 99,0 per cento e non più dell'equivalente del 101,0 per cento di tripotassio 2-idrossipropan-1,2,3-tricarbossilato, calcolato con riferimento alla sostanza anidra.

CARATTERI

Polvere granulare bianca o cristalli trasparenti, igroscopici, solubilissimi in acqua, praticamente insolubili in alcool.

IDENTIFICAZIONE

A. Aggiungere 4 ml di *acqua R* a 1 ml di soluzione S (vedi Saggi). La soluzione dà la reazione caratteristica dei citrati (2.3.1).

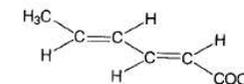


CITRATI

Disciogliere una quantità di sostanza in esame, equivalente a circa 50 mg di acido citrico in 5 ml di *acqua R* o usare 5 ml della soluzione prescritta. Aggiungere 0,5 ml di *acido solforico R* e 1 ml di *potassio permanganato soluzione R*. Riscaldare fino a scomparsa della colorazione del permanganato. Aggiungere 0,5 ml di una soluzione (100 g/l) di *sodio nitroprussiato R* in *acido solforico diluito R* e 4 g di *acido solfamminico R*. Alcalinizzare aggiungendo, goccia a goccia, *ammoniaca R* fino a dissoluzione completa dell'acido solfamminico. L'aggiunta di un eccesso di *ammoniaca R* provoca la comparsa di una colorazione violacea tendente al blu-violetto.

POTASSIO SORBATO

Kalii sorbas



$C_6H_7KO_2$

M_r 150,2

DEFINIZIONE

Il potassio sorbato contiene non meno del 99,0 per cento e non più dell'equivalente del 101,0 per cento di potassio (*E,E*)-esa-2,4-dienoato, calcolato con riferimento alla sostanza essiccata.

CARATTERI

Polvere bianca o quasi bianca o granuli, solubilissimi in acqua, poco solubili in alcool.

IDENTIFICAZIONE

C. Disciogliere 1,0 g in 50 ml di *acqua R*, aggiungere 10 ml di *acido cloridrico diluito R* ed agitare. Filtrare il precipitato cristallino, lavare con *acqua R* e seccare sotto vuoto su *acido solforico R* per 4 h. Il residuo ottenuto fonde (2.2.14) tra 132 °C e 136 °C.

Riconoscimento sostanza incognita FU.....Es 2



Sostanza inorganica



Saggio alla fiamma sulla sostanza. Se necessario con HCl conc. sotto cappa

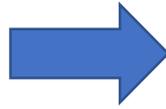


Identificazione del Na

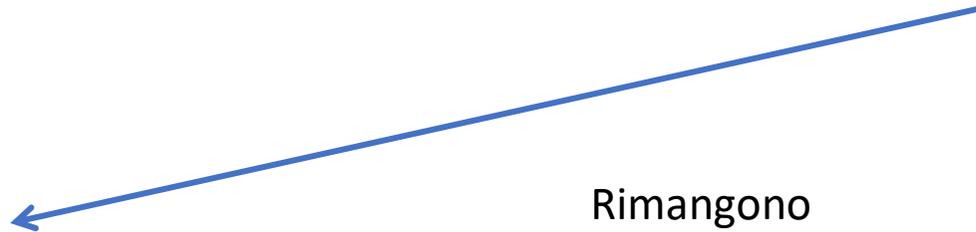
Selezione delle possibili sostanze (solo i Sali di Na)

- Sodio bromuro - NaBr
- Sodio carbonato - Na_2CO_3
- Sodio cloruro - NaCl
- Sodio ioduro - NaI
- Sodio tiosolfato - $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
- Borace - $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \times 10\text{H}_2\text{O}$

Verificare sulle monografie FU se ci sono caratteristiche di solubilità che possono differenziare le sostanze



Alcune delle sostanze sono solubili in acqua e in alcool etilico, altre sono solubili in acqua e insolubili in alcool etilico
Effettuo le prove di solubilità → solubile in acqua e solubile in alcool etilico



Si scartano i seguenti sali che sono insolubili in alcool etilico

- Sodio carbonato
- Sodio cloruro
- Sodio tiosolfato



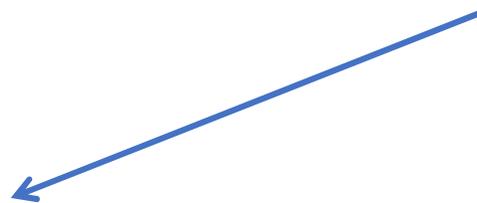
Rimangono

- ✓ Sodio bromuro
- ✓ Sodio ioduro
- ✓ Borace

Si valuta il pH della soluzione acquosa: **neutra**.

Il sale non dà idrolisi alcalina quindi:

- borace



Si effettuano i saggi di riconoscimento della FU indicati per i composti selezionati

- ✓ Sodio bromuro
- ✓ Sodio ioduro

Riconoscimento di Br⁻ e I⁻

Una punta di spatola di sostanza si scioglie in circa 2 ml di H₂O, si acidifica con H₂SO₄ 2N e si aggiungono di 2 ml di CH₂Cl₂. Si aggiungono 5-6 gocce di una soluzione di NaClO e si agita energicamente.

In presenza dello ione I⁻ la fase organica sottostante presenta una colorazione violetta (sviluppo di I₂) più o meno intensa in funzione della concentrazione; in presenza dello ione Br⁻ la fase organica sottostante si colora in rosso-arancio (formazione di Br₂). Non eccedere con la quantità di NaClO altrimenti la colorazione diventa talmente intensa da non distinguere il reale colore.



SOLUBILITA'

Da FU XII Ed

Solubilità. Le indicazioni sulla solubilità nella sezione “Caratteri” sono espresse in termini aventi il seguente significato con riferimento ad una temperatura compresa tra 15 °C e 25 °C.

Indicazione	Volume approssimativo di solvente in millilitri per grammo di sostanza
Solubilissimo	meno di 1
Molto solubile	da 1 a 10
Solubile	da 10 a 30
Moderatamente solubile	da 30 a 100
Poco solubile	da 100 a 1000
Molto poco solubile	da 1000 a 10000
Praticamente insolubile	più di 10000

Test 30 mg di campione (una puntina di spatola)

1 ml di solvente (\approx 20 gocce) (acqua, etere etilico, alcool etilico.....)

Si agita accuratamente e si valuta.....

Non rimane corpo di fondo \rightarrow sostanza molto solubile

Rimane pochissimo corpo di fondo \rightarrow sostanza solubile/moderatamente solubile
(eventualmente si può aggiungere altro solvente)

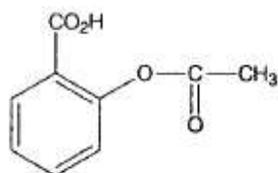
Rimane grande quantità di corpo di fondo \rightarrow sostanza insolubile/poco solubile

SOLUBILITA'

La FU, nelle monografie alla voce caratteri, può indicare la solubilità in specifici solventi. Può essere opportuno effettuare dei test di solubilità nei solventi indicati.

ACIDO ACETILSALICILICO

Acidum acetylsalicylicum



$C_9H_8O_4$

M_r 180,2

DEFINIZIONE

L'acido acetilsalicilico contiene non meno del 99,5 per cento e non più dell'equivalente del 101,0 per cento di acido 2-acetossibenzoico, calcolato con riferimento alla sostanza essiccata.

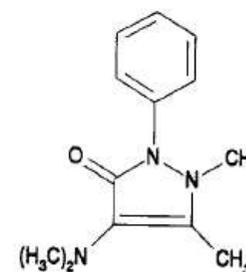
CARATTERI

Polvere cristallina bianca o cristalli incolori, poco solubili in acqua, molto solubili in alcool, solubili in etere.

Fonde a circa 143 °C (metodo istantaneo).

AMINOFENAZONE

Aminophenazonum



$C_{13}H_{17}N_3O$

M_r 231,3

DEFINIZIONE

L'aminofenazone contiene non meno del 99,0 per cento di 4-dimetilammino-1,5-dimetil-2-fenil-pirazolin-3-one, calcolato con riferimento alla sostanza essiccata.

CARATTERI

Polvere cristallina bianca o cristalli incolori, solubile in acqua e in etere, molto solubile in alcool e in cloroformio.

VALUTAZIONE DEL CARATTERE ACIDO / BASE

sostanza solubile in H₂O → zuccheri, polialcoli, sali acidi, acidi carbossilici poliossidrilati

si misura il pH della soluzione acquosa

per un acido pH < 7 → diminuisce ulteriormente all'aumentare della concentrazione

(attenzione, l'acqua distillata può essere debolmente acida a causa della CO₂ disciolta)

per una base pH > 7 → aumenta ulteriormente all'aumentare della concentrazione

Se la sostanza è insolubile in H₂O

Per identificare un acido si prova la solubilità in soluzioni basiche a forza crescente

Nell'ordine: **NaHCO₃ sat** poi **Na₂CO₃ sat** poi **NaOH 2M**

- Principali Sostanze solubili in NaHCO₃ sat → Acidi carbossilici, Acidi solfonici
- Principali Sostanze solubili in Na₂CO₃ sat → Fenoli attivati, Solfonimmidi
- Principali Sostanze solubili in NaOH 2M → Fenoli, Acidi idrossammici, Solfonammidi

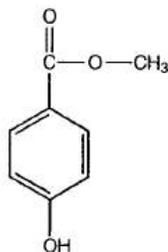
Per identificare una base si prova la solubilità in soluzioni acide

HCl 2M

- Principali Sostanze solubili in HCl 2M → Ammine, alcaloidi

METILE PARAIDROSSIBENZOATO

Methylis parahydroxybenzoas



$C_8H_8O_3$

M_r 152,1

DEFINIZIONE

Il metile paraidrossibenzoato contiene non meno del 99,0 per cento e non più dell'equivalente del 100,5 per cento di metile 4-idrossibenzoato.

CARATTERI

Polvere cristallina bianca o cristalli incolori, molto poco solubili in acqua, molto solubili in alcool e in metanolo.

IDENTIFICAZIONE

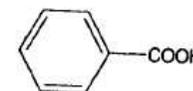
Prima identificazione: A, B.

Seconda identificazione: A, C, D.

A. Punto di fusione (2.2.14): da 125 °C a 128 °C.

ACIDO BENZOICO

Acidum benzoicum



$C_7H_6O_2$

M_r 122,1

DEFINIZIONE

L'acido benzoico contiene non meno del 99,0 per cento e non più dell'equivalente del 100,5 per cento di acido benzencarbossilico.

CARATTERI

Polvere cristallina bianca o cristalli incolori, inodori o con un odore caratteristico molto leggero, poco solubili in acqua, solubili in acqua bollente, molto solubili in alcool, in etere e negli oli grassi.

IDENTIFICAZIONE

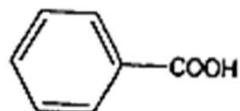
A. Punto di fusione (2.2.14): da 121 °C a 124 °C.

B. La soluzione S (vedi Saggi) dà la reazione caratteristica (a) dei benzoati (2.3.1).

MONOGRAFIE FU X Ed.

ACIDO BENZOICO

Acidum benzoicum



$C_7H_6O_2$

M_r 122,1

DEFINIZIONE

L'acido benzoico contiene non meno del 99,0 per cento e non più dell'equivalente del 100,5 per cento di acido benzencarbossilico.

CARATTERI

Polvere cristallina bianca o cristalli incolori, inodori o con un odore caratteristico molto leggero, poco solubili in acqua, solubili in acqua bollente, molto solubili in alcool, in etere e negli oli grassi.

IDENTIFICAZIONE

- A. Punto di fusione (2.2.14): da 121 °C a 124 °C.
- B. La soluzione S (vedi Saggi) dà la reazione caratteristica (a) dei benzoati (2.3.1).

Reazioni di identificazione degli ioni e dei gruppi funzionali

2.3. IDENTIFICAZIONE

2.3.1. REAZIONI DI IDENTIFICAZIONE DEGLI IONI E DEI GRUPPI FUNZIONALI

BENZOATI

- a) Aggiungere 0,5 ml di *ferro(-ico) cloruro soluzione RI* a 1 ml di soluzione in esame. Si forma un precipitato giallo-pallido, solubile in *etere R*.
- b) Porre 0,2 g della sostanza in esame, eventualmente trattata come indicato nella monografia, in una provetta. Umettere con 0,2-0,3 ml di *acido solforico R* e scaldare leggermente il fondo della provetta. Sulla parete interna si deposita un sublimato bianco.
- c) Disciogliere 0,5 g della sostanza in esame in 10 ml di *acqua R* o usare 10 ml della soluzione prescritta. Aggiungere 0,5 ml di *acido cloridrico R*. Il precipitato ottenuto, ricristallizzato da *acqua R* calda e seccato nel vuoto, fonde (2.2.14) fra 120 °C e 124 °C.

Riconoscimento Fenacetina

In una beuta da 25 ml, 0.5g circa di sostanza si addizionano di 15 ml di HCl diluito e si riscalda all'ebollizione per circa 15 minuti. Raffreddare accuratamente e filtrare se è presente corpo di fondo.

- A) A 1ml del filtrato aggiungere 0,2 ml di sodio nitrito soluzione R. Dopo 1 o 2 min, aggiungere 1 ml di β -naftolo soluzione R: si sviluppa una colorazione arancione o rossa intensa e generalmente si forma un precipitato dello stesso colore.
- B) A 1ml del filtrato aggiungere 2-3 gocce di ipoclorito soluzione diluita. Si produce una colorazione viola.

Riconoscimento Paracetamolo

In una beuta da 25 ml, 0.5g circa di sostanza si addizionano di 15 ml di HCl diluito e si riscalda all'ebollizione per circa 15 minuti. Raffreddare accuratamente e filtrare se è presente corpo di fondo.

- A) A 1ml del filtrato aggiungere 0,2 ml di sodio nitrito soluzione R. Dopo 1 o 2 min, aggiungere 1 ml di β -naftolo soluzione R: si forma un precipitato marrone e sul fondo della provetta si sviluppa una colorazione arancione o rossa intensa e un precipitato dello stesso colore.
- B) A 1ml del filtrato aggiungere 2-3 gocce di ipoclorito soluzione diluita. Si produce una colorazione viola.