Saggio alla fiamma con filo di platino

Emettono radiazioni cromatiche caratteristiche:

- *metalli alcalini* (**Li**, **Na** e **K**)
- *alcalino-terrosi* (**Ca**, **Ba** e **Sr**)
- **Cu**
- alcuni sali di **NH_4^+** e *alcuni del boro* (**H_3BO_3** e **BF_3**).

Anche As^{III}: Sb^{III}, Bi^{III}, Pb^{II} ed Hg^{I} emettono radiazioni cromatiche, che interferiscono con quelle degli elementi sopra indicati. Tali radiazioni non sono caratteristiche ed intense da costituire un sicuro riscontro analitico.

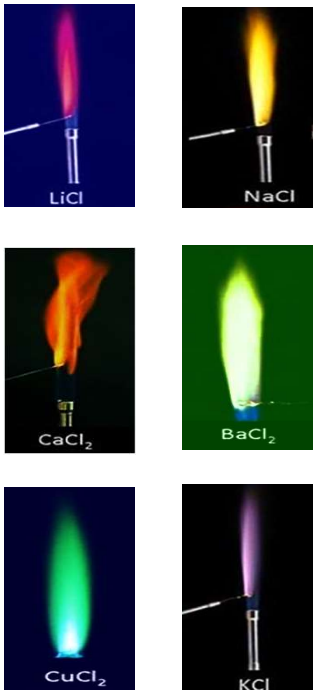
Se sono presenti più elementi i colori si sovrappongono ed il saggio è incerto.

Si può osservare la fiamma attraverso vetri colorati (vetro blu al cobalto e vetro verde) che assorbono determinate radiazioni e ne lasciano passare altre.

Pulizia del filo di platino → effettuata prima di iniziare il saggio e dopo ogni saggio: si bagna il filo in HCl 2M (posto in un vetrino da orologio pulito) e lo si porta alla fiamma (zona B) ripetendo l'operazione fino a quando la fiamma rimane incolore

Esecuzione del saggio → Una piccola porzione di sostanza (5-10 mg) viene posta in un vetrino da orologio e disciolta con 2-3 gocce di HCl 2M, aiutandosi con una bacchetta pulita.

Si bagna l'estremità del filo nella soluzione e lo si porta alla fiamma, prima alla base del mantello (zona A, meno calda) per osservare colorazioni dei metalli alcalini (Li, Na, K, più volatili) e poi nella zona di fusione (zona B, più calda), dove volatilizzano i sali meno volatili (Ca, Cu, Ba)



Elemento (o ione)	Colore della fiamma	Attraverso vetro azzurro
Litio *Stronzio* *Calcio*	rosso carminio (Na maschera) rosso porpora (Ba maschera) rosso-arancio (Ba maschera)	violetto violetto verdognola
Sodio	giallo intenso ([3])	invisibile
Rame (CuO) *Boro* (H_3BO_3) *Bario*	verde smeraldo verde canarino verde pisello	— — —
Rame ($CuCl_2$) (*Arsenico(III)-Bismuto*) (*Antimonio(III)*) (*Piombo*)	azzurro-celeste che passa a verde (azzurrognolo) (azzurrognolo vivido) (azzurrognolo pallido)	— — — —
Potassio *Ammonio* (NH_4^+) (Hg_2^{2+})	violetto (Na e Li mascherano) violetto-rossastro (violaceo)	rosso ciclamino — —

DETERMINAZIONE PUNTO DI FUSIONE METODO DEL CAPILLARE

Preparazione del campione → preparare 3 capillari

Pulire un coccio di porcellana con un pezzo di carta assorbente (**non bagnare**) e porvi sopra 1 punta di spatola di sostanza; polverizzare i cristalli schiacciando con la parte piatta di una spatola.

Riempire i capillari aiutandosi con una spatola, fino a depositare sul fondo circa 2-mm di sostanza. Far cadere il capillare nel tubo di plastica o di vetro per assestare tutto il campione verso il fondo del capillare.

inserire nel blocco il **1° capillare**, e riscaldare innalzando la temperatura a 5-10°C/min; prendere nota della T a cui si forma la prima goccia e di quella a cui tutto il campione diventa liquido. Si ottiene una misura indicativa sul punto di fusione della sostanza (quello reale sarà più basso)

Raffreddare l'apparecchio fino a 20 °C al disotto del valore osservato. Riaccendere il riscaldamento ad 1°C/min.

Inserire nel blocco il **2° capillare** e ripetere la determinazione del pf. Si raffredda lo strumento di circa 20°C. Riaccendere il riscaldamento ad 1°C/min.

Inserire nel blocco il **3° capillare** e ripetere la determinazione del pf.

I valori di pf a cui fare riferimento sono il 2° e il 3°

Modalità operative per apparecchio per p. f. digitale

Determinazione del punto di fusione di una sostanza a p.f. ignoto

- Tenendo premuto "Fast stage set", si imposta la T a 250 °C con le freccette.
- Si inserisce il primo capillare e si preme "start", in questo modo si avvia il riscaldamento veloce. A fusione avvenuta si preme read. Si ottiene una misura indicativa sul punto di fusione della sostanza (quello reale sarà leggermente più basso di quello osservato in questa misura rapida).
- Si lascia raffreddare l'apparecchio fino ad almeno 20 °C al disotto del valore osservato.
- Tenendo premuto "Fast stage set", si imposta la T a 20 °C al di sotto del p.f. osservato.
- Si preme start (parte il riscaldamento veloce). Quando il blocco comincia ad emettere dei beep il riscaldamento si ferma, si inserisce il secondo capillare e si preme nuovamente start, riparte il riscaldamento lento. A fusione avvenuta si preme read. Questa operazione fornirà un dato più affidabile.
- Si lascia raffreddare l'apparecchio fino ad almeno 15 °C al disotto del valore osservato.
- Tenendo premuto "Fast stage set", si imposta la T a 10 °C al di sotto del p.f. osservato.
- Si preme start (parte il riscaldamento veloce). Quando il blocco comincia ad emettere dei beep il riscaldamento si ferma, si inserisce il terzo capillare e si preme nuovamente start, riparte il riscaldamento lento. A fusione avvenuta si preme read. Questa operazione fornirà il p.f.

Eventualmente ripetere per un quarto capillare

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	Volune 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		

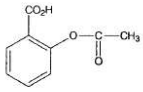
Test 30 mg di campione (una puntina di spatola)
1 ml di solvente (≈ 20 gocce) (acqua, etere etilico, alcool etilico……)
Si agita accuratamente e si valuta……
Non rimane corpo di fondo → sostanza molto solubile
Rimane pochissimo corpo di fondo → sostanza solubile/moderatamente solubile
(eventualmente si può aggiungere altro solvente)
Rimane grande quantità di corpo di fondo → 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.

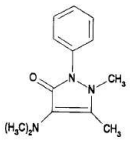
CARATTERI

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 H_2O → 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 CO_2 disciolta)

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

Se la sostanza è insolubile in H_2O

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

Nell'ordine: **$NaHCO_3$ sat** poi **Na_2CO_3 sat** poi **NaOH 2M**

- Principali Sostanze solubili in $NaHCO_3$ sat → Acidi carbossilici, Acidi solfonici
- Principali Sostanze solubili in Na_2CO_3 sat → Fenoli attivati, Solfonimmidi
- Principali Sostanze solubili in NaOH 2M → Fenoli, Acidi idrossammici, Solfonammidi

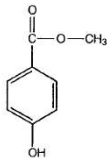
Per identificare una base si prova la solubilità in soluzioni acide

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

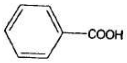
Prima identificazione: A, B.

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

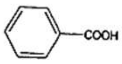
A. Punto di fusione (*2.2.14*): da 121 °C a 124 °C.

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 R1* 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. Umettare 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 DEGLI ESTERI CON SAGGIO DI ANGELI RIMINI **Etile acetato**

Mettere 3-4 gocce di acetato di etile (cappa) in una provetta. Aggiungere una punta di spatola di idrossilamina cloridrato $NH_2OH{\cdot}HCl$ solida (reagentario). Aggiungere una minima quantità di acqua ed alcalinizzare con NaOH 2N (bancone) fino a pH 7.5-8. Riscaldare a bagnomaria (cappa) fino a completa solubilizzazione. Raffreddare e acidificare con HC1 2N (bancone). Aggiungere alcune gocce di soluzione di cloruro ferrico. Si avrà una colorazione violetta dovuta all`idrossammato ferrico.

NB: se si aggiunge la soluzione di $FeCl_3$ (reagentario) alla soluzione alcalina si avrà il precipitato di $Fe(OH)_3$ di colore ruggine. Riacidificando si forma l'idrossammato ferrico di colore violetto.

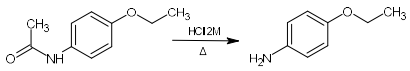
RICONOSCIMENTO DELLE ALDEIDI CON SAGGIO DI FEHLING **Glucosio**

Mettere una spatolata di glucosio in una provetta. Aggiungere 0.5 ml di una soluzione denominata Fehling A (reagentario) e 0.5 ml di una soluzione denominata Fehling B (reagentario). Mettere la soluzione a scaldare a bagnomaria (cappa). Dopo qualche minuto, si ha la precipitazione di Cu_2O di colore rosso-mattone.

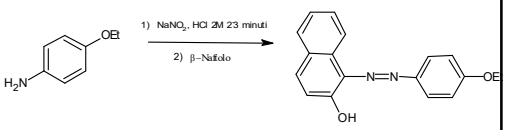
NB: L'eventuale colorazione verde è dovuta a reazioni secondarie ed indica saggio negativo.

Riconoscimento Fenacetina

In una beuta da 25 ml, 0.5g circa di sostanza si addizionano di 15 ml di HCl 2M e si riscalda all'ebollizione per circa 15 minuti. Raffreddare accuratamente e filtrare se è presente corpo di fondo.



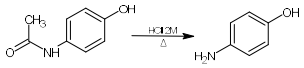
•A 1ml del filtrato aggiungere 0,2 ml di sodio nitrito soluzione R. Dopo 1 o 2 min, aggiungere 1 ml di β-naftolo soluzione R: si sviluppa una colorazione arancione o rossa intensa e generalmente si forma un precipitato dello stesso colore.



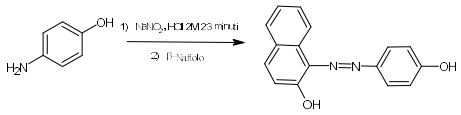
•A 1ml del filtrato aggiungere 2-3 gocce di ipoclorito soluzione diluita. Si produce una colorazione viola (Formazione di specie ossidate chinon-imminiche)

Riconoscimento Paracetamolo

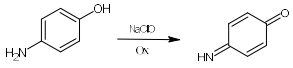
In una beuta da 25 ml, 0.5g circa di sostanza si addizionano di 15 ml di HCl 2M e si riscalda all'ebollizione per circa 15 minuti. Raffreddare accuratamente e filtrare se è presente corpo di fondo.



•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.



•A 1ml del filtrato aggiungere 2-3 gocce di ipoclorito soluzione diluita. Si produce una colorazione viola.



RICERCA DI I^- E Br^-

Una punta di spatola della sostanza in esame si discioglie in 1 ml di acqua, si aggiungono 10 gocce di HNO_3 2M e 2 ml di diclorometano.

Si aggiunge goccia a goccia NaClO soluzione diluita, agitando energicamente dopo ogni aggiunta.

Se sono presenti ioni I^- vengono ossidati a I_2, solubile in CH_2Cl_2 con colorazione violetta:

$$2I^- + ClO^- + 2H^+ \rightarrow I_2 + Cl^- + H_2O$$

Se presente Br^-, il CH_2Cl_2 si colora in rosso-arancio (Br_2)

$$2Br^- + ClO^- + 2H^+ \rightarrow Br_2 + Cl^- + H_2O$$

Se inizialmente si è disciolta una quantità di troppo elevata di sostanza in esame il colore della soluzione saràmolto scuro e non sarà facile capire se è rosso o violetto; in questo caso aggiungere ancora NaClO fino a quando la soluzione inizia a decolorare, sarà più facilmente apprezzabile la presenza di I_2 o Br_2.

Sostanze Organiche FU X

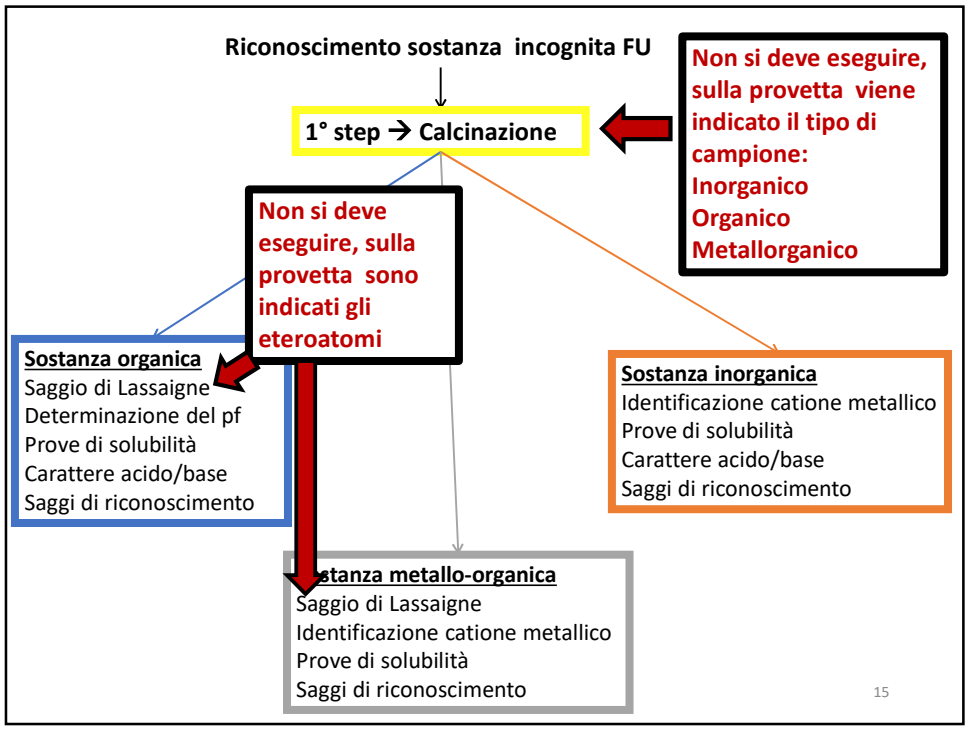
Clorocresolo (Cl)	→	64-67 °C	→	C
Vanillina	→	81-84 °C	→	D
Benzocaina (N)	→	89-92 °C	→	D
Propile p-idrossibenzoato	→	96-99 °C	→	D
Fruttosio	→	100 °C (dec)	→	B, C, D
Aminofenazone (N)	→	107-109 °C	→	B, C
Fenazone (N)	→	109-113 °C	→	C, D
Acido Benzoico	→	122-4 °C	→	B
Metile p-idrossibenzoato	→	125-128 °C	→	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

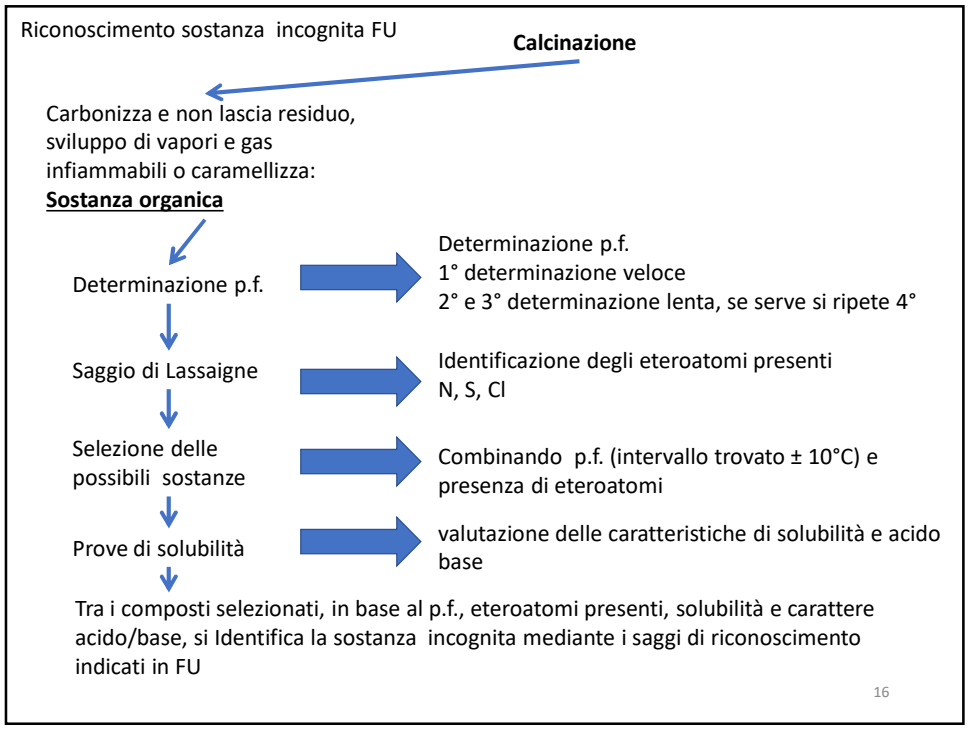
Sostanze Inorganiche FU X

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

Sostanze Metallorganiche FU X

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


Riconoscimento sostanza incognita FU
1° step → Calcinazione
Non si deve eseguire, sulla provetta viene indicato il tipo di campione:
Inorganico
Organico
Metallorganico
Non si deve eseguire, sulla provetta sono indicati gli eteroatomi
Sostanza organica
Saggio di Lassaigne
Determinazione del pf
Prove di solubilità
Carattere acido/base
Saggi di riconoscimento
Sostanza inorganica
Identificazione catione metallico
Prove di solubilità
Carattere acido/base
Saggi di riconoscimento
stanza metallo-organica
Saggio di Lassaigne
Identificazione catione metallico
Prove di solubilità
Saggi di riconoscimento
15


Riconoscimento sostanza incognita FU
Calcinazione
Carbonizza e non lascia residuo, sviluppo di vapori e gas infiammabili o caramellizza:
Sostanza organica
Determinazione p.f.
Determinazione p.f.
1° determinazione veloce
2° e 3° determinazione lenta, se serve si ripete 4°
Saggio di Lassaigne
Identificazione degli eteroatomi presenti
N, S, Cl
Selezione delle possibili sostanze
Combinando p.f. (intervallo trovato ± 10°C) e presenza di eteroatomi
Prove di solubilità
valutazione delle caratteristiche di solubilità e acido base
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
16

Riconoscimento sostanza incognita FU

Calcinazione

Carbonizza e lascia residuo:
Sostanza metallo-organica

Identificazione del catione → Esecuzione del saggio alla fiamma con filo di platino e HCl

Saggio di Lassaigne → Identificazione degli eteroatomi presenti N, S, Cl

Selezione delle possibili sostanze → Combinando catione e presenza di eteroatomi

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

17

Riconoscimento sostanza incognita FU

Calcinazione

Inalterata, termocromismo (reversibile o meno), lascia residuo ma non carbonizza:
Sostanza inorganica

Identificazione del catione → Esecuzione del saggio alla fiamma con filo di platino e HCl

Selezione delle possibili sostanze → In base al catione

Prove di solubilità → valutazione delle caratteristiche di solubilità e acido base

Tra i composti selezionati, in base al catione presente, solubilità e carattere acido/base, si Identifica la sostanza incognita mediante i saggio di riconoscimento indicati in FU

18

Riconoscimento sostanza incognita FU……Es 1 :

88A
ORG

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

19

Prove di solubilità → solubile in H_2O → 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 H_2O 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.

20

Riconoscimento sostanza incognita FU……Es 1 :

66D
ORG
N

Sostanza organica, Presenza di azoto

Determinazione p.f. → Determinazione p.f.
1° deter. Veloce = 136-141°C
2° deter. lenta…. = 131-133°C
3° deter. lenta…. = 130-132°C

Selezione delle possibili sostanze → intervallo da considerare (130-10 , 133+10)
Prendo in considerazione tutte le sostanze con p.f. tra 120°C e 143°C
Ac benzoico pf 122-124°C → da escludere per l'assenza di N
Metile-p-idrossibenzoato pf 125-128°C → da escludere per l'assenza di N
Nicotinamide pf 128-131°C (dec)
Fenacetina 134-137°C
Ac. acetilsalicilico pf 143°C → da escludere per l'assenza di N

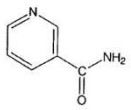
21

Prove di solubilità → Molto solubile in H_2O → misura del pH → neutro
Solubile in etanolo
poco solubile in etere

Si scarta:
Fenacetina → poco solubile in acqua e in etere e solubile in etanolo
Rimane:
Nicotinamide → si effettuano i saggi di riconoscimento indicati in tabella (C)

NICOTINAMIDE

Nicotinamidum



$C_6H_6N_2O$ M_r 122,1

IDENTIFICAZIONE

Prima identificazione: A, B.

Seconda identificazione: A, C, D.

A. Punto di fusione (*2.2.14*): da 128 °C a 131 °C.

B. Esaminare mediante spettrofotometria di assorbimento infrarosso (*2.2.24*), in confronto con lo spettro ottenuto con *nicotinamide SCR*.

C. Bollire 0,1 g con 1 ml di *sodio idrossido soluzione diluita R*. Si sviluppa ammoniaca riconoscibile dall'odore.

22

Riconoscimento sostanza incognita FU……Es 2

77B
MetOrg

<u>Sostanza metallo-organica,</u> Assenza di eteroatomi

Saggio alla fiamma sulle ceneri e/o sulla sostanza.
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

23

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

24

Riconoscimento sostanza incognita FU……Es 2

99C
INORG

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 - $Na_2S_2O_3$
Borace - $Na_2B_4O_7 \times 10H_2O$

25

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
Si 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 si scarta il borace

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

26