

Corso di Analisi Chimico-Farmaceutica e Tossicologica I (M-Z)

*Corso di Laurea in Chimica e Tecnologia Farmaceutiche
Facoltà di Farmacia e Medicina
Anno Accademico 2014/2015*

Dott. Giuseppe La Regina



SAPIENZA
UNIVERSITÀ DI ROMA

*“Tu, disperato pilota, frangi ora fra gli scogli la mia
barca già stanca e squassata per tante tempeste!
A te accanto, mio amore! Oh schietto farmacista!
Efficace è la tua droga. Con questo bacio io muoio.”
W. Shakespeare. Giulietta e Romeo, Atto 5, Scena 3.*

Farmacopea Ufficiale

Definizione

- La 'Farmacopea Ufficiale' (FU) è il testo normativo che descrive i *requisiti di qualità* delle sostanze ad uso farmaceutico, le *caratteristiche* che i medicinali preparati debbono avere ed elenca la *composizione qualitativa* ed, a volte, *quantitativa*, nonché, in qualche caso, il *metodo di preparazione* di ogni farmaco galenico che le farmacie del paese sono autorizzate a preparare.

Farmacopea Ufficiale Italiana

XII Edizione

- In Italia, la farmacopea ufficiale è stata istituita dal testo unitario delle leggi sanitarie nel 1934 e viene redatta da una apposita commissione di esperti nominata dal ministero della sanità.
- La Farmacopea Ufficiale Italiana è giunta alla sua XII Edizione (FU Ed. XII) ed è stata pubblicata dall'Istituto Poligrafico e Zecca dello Stato nel 2008.
- La sua entrata in vigore risale al 31.03.2009.
- Successivamente, è stato rilasciato un aggiornamento riportante alcune correzioni.

Farmacopea Ufficiale Italiana

XII Edizione

- Il suo contenuto è articolato in 3 sezioni principali:
 - a) capitoli generali;
 - b) monografie;
 - c) tabelle.



Farmacopea Ufficiale Italiana

XII Edizione

- La sezione 'Capitoli Generali' è articolata in:
 - prescrizioni generali della Farmacopea Europea e prescrizioni generali della Farmacopea Ufficiale;
 - metodi di analisi: apparecchiature, metodi generali fisici e fisico-chimici, identificazione, saggi limite, saggi, saggi biologici, dosaggi biologici, metodi generali di farmacognosia, saggi e procedimenti tecnologici;
 - materiali usati nella fabbricazione di contenitori e contenitori;

Farmacopea Ufficiale Italiana

XII Edizione

- reattivi;
- argomenti generali.

Farmacopea Ufficiale Italiana

XII Edizione

- La sezione 'Monografie' è articolata in:
 - monografie;
 - forme Farmaceutiche;
 - materie prime;
 - preparazioni farmaceutiche specifiche;
 - preparazioni omeopatiche.

Farmacopea Ufficiale Italiana

XII Edizione

- La sezione 'Tabelle' è articolata in:
 - Tabella 1: masse atomiche relative;
 - Tabella 2: sostanze medicinali di cui le farmacie debbono essere provviste obbligatoriamente;
 - Tabella 3: sostanze, le cui monografie sono presenti nella FU, da tenere in armadio chiuso a chiave;
 - Tabella 4: elenco dei prodotti che il farmacista non può vendere se non in seguito a presentazione di ricetta medica;

Farmacopea Ufficiale Italiana

XII Edizione

- Tabella 5: elenco dei prodotti la cui vendita è subordinata a presentazione di ricetta medica da rinnovare volta per volta e da ritirare dal farmacista;
- Tabella 6: apparecchi ed utensili obbligatori in farmacia;
- Tabella 7: elenco delle sostanze, loro sali e preparazioni ad azione stupefacente o psicotropa;
- Tabella 8: dosi dei medicinali per l'adulto, oltre le quali il farmacista non può fare la spedizione, salvo caso di dichiarazione speciale del medico.

Farmacopea Europea

Definizione

- Al fine di facilitare la libera circolazione dei prodotti medicinali in Europa ed assicurare la qualità di quelli importati, la Farmacopea Europea (PhEur) è una farmacopea che a livello europeo ha lo scopo di:
 - armonizzare i testi delle principali farmacopee ufficiali degli stati europei;
 - individuare norme comuni riconosciute sulla qualità dei medicinali.

Farmacopea Europea

Definizione

- Gli stati europei si sono impegnati ad adottare una farmacopea comune accanto alla propria farmacopea ufficiale nazionale.
- Ogni nazione può scegliere se riportare o meno, nella propria farmacopea, le monografie della farmacopea europea in modo integrale.
- Alcuni paesi dell'Unione Europea, e tra questi l'Italia, utilizzano accanto alla propria farmacopea, la Farmacopea Europea, come farmacopea nazionale.

Farmacopea Europea

Definizione

- Nelle etichette dei farmaci la sigla PE accanto al nome delle sostanze indica che la sostanza utilizzata risponde a tutte le specifiche di qualità richieste dalla farmacopea europea.
- La redazione della Farmacopea Europea è affidata alla "Commissione della Farmacopea Europea", che si occupa di elaborare i testi, di approvarli e di pubblicarli e revisionarli, mentre il "Comitato di Salute Pubblica" esercita attività di controllo.

Farmacopea Europea

Edizione 8

- La Farmacopea Europea viene pubblicata ogni 3 anni, con supplementi ogni 4 mesi, ed esiste in francese e in inglese.
- L'edizione in vigore è l'ottava (1 gennaio 2014), affiancata dal supplemento 8.1 (1 aprile 2014) e 8.2 (1 luglio 2014).



Farmacopea Europea

Edizione 8

- La Farmacopea europea è articolata in 2 volumi.
- Il primo volume riporta una parte generale, che comprende una prefazione, un'introduzione, l'elenco dei membri della commissione e i capitoli generali, e le monografie generali.
- Il secondo volume riporta le monografie specifiche delle sostanze: prodotti chimici, organici, di sintesi o estrattivi, inorganici, vegetali, biotecnologici.

Farmacopea Europea

Edizione 8

- Per ciascun prodotto vengono descritti i caratteri chimico-fisici, i caratteri chimici, le reazioni di identificazione, i saggi cui ciascun prodotto deve rispondere, il metodo di determinazione quantitativa e in qualche caso anche le modalità di conservazione.
- Oltre ai principi attivi, in questa parte sono riportati anche i composti utilizzati come eccipienti o anche i prodotti utilizzati come materie prime per i contenitori o prodotti che comunque entrano a far parte di un medicamento.

Farmacopea Europea

Edizione 8

- Non è prevista alcuna indicazione relativamente all'attività terapeutica o alla tossicità, o ancora al dosaggio, in quanto la farmacopea corrisponde ad un codice di qualità.

Monografia a Scelta dello Studente

Farmacopea Ufficiale Italiana X Edizione

0009 ARGENTO NITRATO
Argentum nitras

AgNO_3 M_r 169,9

DEFINIZIONE
L'argento nitrato contiene non meno del 99,0 per cento e non più dell'equivalente del 100,5 per cento di AgNO_3 .

CARATTERI
Polvere cristallina bianca o cristalli trasparenti, incolori, solubilissimi in acqua, solubili in alcool.

IDENTIFICAZIONE
A. 10 mg danno la reazione caratteristica dei nitrati (2.3.1).
B. 10 mg danno la reazione caratteristica dell'argento (2.3.1).

SAGGI
Soluzione S. Disciogliere 2,0 g in *acqua R* e diluire a 50 ml con lo stesso solvente.
Aspetto della soluzione. La soluzione S è limpida (2.2.1) ed incolore (*Metodo II*, 2.2.2).
Acidità o alcalinità. Aggiungere 0,1 ml di *verde bromocresolo soluzione R* a 2 ml di soluzione S. La soluzione è blu. Aggiungere 0,1 ml di *rosso fenolo soluzione R* a 2 ml di soluzione S. La soluzione è gialla.
Sali estranei. Aggiungere 7,5 ml di *acido cloridrico diluito R* a 30 ml di soluzione S, agitare energicamente, scaldare a b.m. per 5 min e filtrare. Evaporare a secco a b.m. 20 ml del filtrato ed essiccare a 100-105 °C. Il residuo pesa non più di 2 mg (0,3 per cento).
Alluminio, piombo, rame e bismuto. Disciogliere 1,0 g in una miscela di 4 ml di *ammoniaca concentrata R* e 6 ml di *acqua R*. La soluzione è limpida (2.2.1) ed incolore (*Metodo II*, 2.2.2).

594

DETERMINAZIONE QUANTITATIVA
Disciogliere 0,300 g in 50 ml di *acqua R* ed aggiungere 2 ml di *acido nitrico diluito R* e 2 ml di *ferrò(-ico) ammonico solfato soluzione R2*. Titolare con *ammonio tiocianato 0,1 M* fino a che il colore vira al giallo-rossastro.

1 ml di *ammonio tiocianato 0,1 M* equivale a 16,99 mg di AgNO_3 .

CONSERVAZIONE
Conservare in un recipiente ben chiuso, non metallico, protetto dalla luce.

E.U.

ARGENTO PROTEINATO
Argentum proteicum

DEFINIZIONE
L'argento proteinato è una preparazione argento-proteica che contiene non meno del 7,5 per cento e non più dell'8,5 per cento di argento (Ag; A_r 107,86).

CARATTERI
Polvere di colore marrone, leggermente igroscopica, sensibile alla luce, con acqua forma una dispersione colloidale dando una colorazione marrone cupo, poco solubile in alcool, praticamente insolubile in cloroformio e in etere.

IDENTIFICAZIONE
A. Calcinare cautamente 1 g della sostanza in esame. Disciogliere il residuo ottenuto in una miscela di 1 ml di *acido nitrico R* e 10 ml di *acqua R*. Filtrare ed aggiungere al filtrato 5 ml di *acido cloridrico diluito R*. Si ottiene un precipitato bianco caseoso solubile in *ammoniaca R*.

ARGENTO NITRATO

Argentum nitras

AgNO_3

M_r 169,9

DEFINIZIONE

L'argento nitrato contiene non meno del 99,0 per cento e non più dell'equivalente del 100,5 per cento di AgNO_3 .

CARATTERI

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

IDENTIFICAZIONE

- A. 10 mg danno la reazione caratteristica dei nitrati (2.3.1).
B. 10 mg danno la reazione caratteristica dell'argento (2.3.1).

Monografia a Scelta dello Studente

Farmacopea Ufficiale Italiana X Edizione

Reazioni di identificazione degli ioni e dei gruppi funzionali

FOSFATI (ORTOFOSFATI)

- a) Aggiungere 5 ml di *argento nitrato soluzione R1* a 5 ml della soluzione prescritta, neutralizzata se necessario. Si forma un precipitato giallo la cui colorazione non si modifica per ebollizione e che si discioglie per aggiunta di *ammoniaca diluita R*.
- b) Mescolare 2 ml di *molibdovanadico reattivo R* con 1 ml della soluzione prescritta. Si forma una colorazione gialla.

IODURI

- a) Disciogliere una quantità di sostanza in esame equivalente a circa 4 mg di ione ioduro (I) in 2 ml di *acqua R* o usare 2 ml della soluzione prescritta. Acidificare con *acido nitrico diluito R* e aggiungere 0,4 ml di *argento nitrato soluzione R1*. Agitare e lasciare a riposo. Si forma un precipitato caseoso giallo pallido. Centrifugare e lavare il precipitato con tre porzioni, ciascuna di 1 ml, di *acqua R*. Effettuare questa operazione rapidamente, a riparo dalla luce viva e non considerando il fatto che la soluzione sovrannatante possa non diventare perfettamente limpida. Sospendere il precipitato in 2 ml di *acqua R* e aggiungere 1,5 ml di *ammoniaca diluita R*. Il precipitato non si discioglie.
- b) Aggiungere 0,5 ml di *acido solforico diluito R*, 0,1 ml di *potassio dicromato soluzione R*, 2 ml di *acqua R* e 2 ml di *cloroformio R* a 0,2 ml di soluzione della sostanza in esame contenente circa 5 mg di ione ioduro (I) per millilitro o a 0,2 ml della soluzione prescritta. Agitare per qualche secondo e lasciare a riposo. La fase cloroformica si colora in violetto o in rosso-violetto.

LATTATI

Disciogliere in 5 ml di *acqua R* una quantità della sostanza in esame equivalente a circa 5 mg di acido lattico o usare 5 ml della soluzione prescritta. Aggiungere 1 ml di *acqua di bromo R* e 0,5 ml di *acido fosforico diluito R*. Scaldare a h.m. fino a scomparsa della colorazione, agitando, di tanto in tanto, con una bacchetta di vetro. Aggiungere 4 g di *ammonio solfato R* e mescolare. Aggiungere goccia a goccia, senza mescolare, 0,2 ml di una soluzione (100 g/l) di *sodio nitroprussiato R* in *acido solforico diluito R* e, sempre senza mescolare, 1 ml di *ammoniaca R*. Lasciare a riposo per 30 min. Alla superficie di separazione dei due liquidi si forma un anello verde scuro.

MAGNESIO

Disciogliere circa 15 mg della sostanza in esame in 2 ml di *acqua R* o usare 2 ml della soluzione prescritta. Aggiungere 1 ml di *ammoniaca diluita R1*. Si forma un precipitato bianco che si discioglie per aggiunta di 1 ml di *ammonio cloruro soluzione R*. Aggiungere 1 ml di *sodio fosfato dibasico soluzione R*. Si forma un precipitato bianco cristallino.

MERCURIO

- a) Deposare su una lamina di rame ben tersa circa 0,1 ml di una soluzione della sostanza in esame. Si forma una macchia grigia scura che diventa brillante per sfregamento. Seccare la lamina di rame e riscaldare in una provetta. La macchia scompare.
- b) Aggiungere *sodio idrossido soluzione diluita R* alla soluzione prescritta fino a reazione fortemente alcalina (2.2.4). Si forma un precipitato denso e giallo (sali mercurici).

NITRATI

Aggiungere la sostanza in esame polverizzata, in quantità equivalente a circa 1 mg di nitrato (NO_3^-) o la quantità di sostanza prescritta, ad una miscela di 0,1 ml di *nitrobenzene R* e 0,2 ml di *acido solforico R*. Lasciare a riposo per 5 min, raffreddare in acqua ghiacciata, e aggiungere lentamente, agitando, 5 ml di *acqua R* e 5 ml di *sodio idrossido soluzione concentrata R*. Aggiungere 5 ml di *acetone R*. Agitare e lasciare a riposo. Lo strato superiore si colora in violetto intenso.

PIOMBO

- a) Disciogliere circa 0,1 g della sostanza in esame in 1 ml di *acido acetico R* o usare 1 ml della soluzione prescritta. Aggiungere 2 ml di *potassio cromato soluzione R*. Si forma un precipitato giallo, solubile in 2 ml di *sodio idrossido soluzione concentrata R*.
- b) Disciogliere 50 mg della sostanza in esame in 1 ml di *acido acetico R* o usare 1 ml della soluzione prescritta. Aggiungere 10 ml di *acqua R* e 0,2 ml di *potassio iodato soluzione R*. Si forma un precipitato giallo. Scaldare all'ebollizione per 1-2 min. Il precipitato si discioglie. Lasciare raffreddare. Il precipitato ricompare sotto forma di lamine gialle brillanti.

NITRATI

Aggiungere la sostanza in esame polverizzata, in quantità equivalente a circa 1 mg di nitrato (NO_3^-) o la quantità di sostanza prescritta, ad una miscela di 0,1 ml di *nitrobenzene R* e 0,2 ml di *acido solforico R*. Lasciare a riposo per 5 min, raffreddare in acqua ghiacciata, e aggiungere lentamente, agitando, 5 ml di *acqua R* e 5 ml di *sodio idrossido soluzione concentrata R*. Aggiungere 5 ml di *acetone R*. Agitare e lasciare a riposo. Lo strato superiore si colora in violetto intenso.

ARGENTO

Disciogliere circa 10 mg della sostanza in esame in 10 ml di *acqua R* o usare 10 ml della soluzione prescritta. Aggiungere 0,3 ml di *acido cloridrico R1*. Si forma un precipitato bianco caseoso solubile in 3 ml di *ammoniaca diluita R1*.

Monografia a Scelta dello Studente

Farmacopea Ufficiale Italiana X Edizione

Reattivi

4. REATTIVI

4.1. REATTIVI, SOLUZIONI STANDARD, SOLUZIONI TAMPONE

Il nome di una sostanza o di una soluzione seguito dalla lettera R (tutto in corsivo), indica che il reattivo è incluso nella seguente lista. Le specifiche date per i reattivi non garantiscono che la loro qualità sia idonea per l'uso nei farmaci.

Nell'ambito della descrizione di ogni reattivo vi è un codice di riferimento a sette cifre in corsivo (per esempio, 1002501). Questo numero, che rimarrà invariato per un dato reattivo durante le successive revisioni della lista, è usato per scopi identificativi dal Segretariato, e può tornare utile anche agli utilizzatori della Farmacopea, per esempio nella gestione dei reattivi. La descrizione può anche includere un numero CAS (Chemical Abstract Service Registry Number) riconoscibile dal suo formato tipico, per esempio 9002-93-1.

Alcuni reattivi inclusi nella lista sono tossici e devono essere maneggiati in conformità con le norme di buona pratica di laboratorio.

I reattivi in soluzione acquosa sono preparati utilizzando acqua R. Quando la soluzione di un reattivo è descritta usando un'espressione tipo "acido cloridrico (HCl 10 g/l)", la soluzione è preparata mediante appropriata diluizione con acqua R di una soluzione più concentrata del reattivo specificato in questa sezione. Le soluzioni dei reattivi utilizzate nei saggi limite per il bario, per il calcio e per i solfati sono preparate usando acqua distillata R. Quando non è indicato il nome del solvente si intende una soluzione acquosa.

I reattivi e le soluzioni dei reattivi devono essere conservate in recipienti ben chiusi. Le etichette devono essere conformi alla legislazione nazionale e alle disposizioni internazionali.

4.1.1. REATTIVI

Acetaldeide. C₂H₄O. (M_r 44,1). 1000200. [75-07-0].
Etanale.

Liquido infiammabile, incolore, limpido, miscibile con acqua e con alcool.

d_{20}^{20} : circa 0,788.

n_D^{20} : circa 1,332.

p.e.: circa 21 °C.

Acetilacetone. C₅H₈O₂. (M_r 100,1). 1000900. [123-54-6].
2,4-Pentandione.

Liquido incolore o leggermente giallo, facilmente infiammabile, molto solubile in acqua, miscibile con acetone, con alcool, con etere e con acido acetico glaciale.

d_{20}^{20} : da 1,452 a 1,453.

p.e.: da 138 °C a 140 °C.

Acetilacetone reattivo R1. 1000901.

A 100 ml di ammonio acetato soluzione R aggiungere 0,2 ml di acetilacetone R.

Acetilcolina cloruro. C₇H₁₆ClNO₂. (M_r 181,7). 1001000. [60-31-1].

Polvere cristallina, solubilissima in acqua fredda e in alcool, praticamente insolubile in etere; si decompone in acqua calda e in alcali.

Conservare a -20 °C.

Acetile cloruro. C₂H₃ClO. (M_r 78,5). 1000800. [75-36-5].

Liquido infiammabile, incolore, limpido, si decompone a contatto con acqua e con alcool, miscibile con dicloroetano.

d_{20}^{20} : circa 1,10.

Intervallo di distillazione (2.2.11). Non meno del 95 per cento distilla tra 49 °C e 53 °C.

Acetileugenolo. C₁₂H₁₄O₂. (M_r 206,2). 1100700. [93-28-7].
2-Metossi-4-(2-propenil)fenilacetato.

Liquido oleoso giallo, molto solubile in alcool e in etere, praticamente insolubile in acqua.

n_D^{20} : circa 1,521.

p.e.: da 281 °C a 282 °C.

L'acetileugenolo utilizzato in gas cromatografia soddisfa al seguente saggio aggiuntivo:

Determinazione quantitativa. Esaminare mediante gas cromatografia (2.2.28) come prescritto nella monografia *Garofano essenza (1091)* usando la sostanza in esame come soluzione in esame.

L'area del picco principale non è inferiore al 98,0 per cento dell'area totale dei picchi.

Ammoniaca diluita R1. 1004702.

Contiene non meno di 100 g/l e non più di 104 g/l di NH₃ (M_r 17,03).

Diluire 41 g di *ammoniaca concentrata R* a 100 ml con *acqua R*

Ammoniaca diluita R2. 1004703.

Contiene non meno di 33 g/l e non più di 35 g/l di NH₃ (M_r 17,03).

Diluire 14 g di *ammoniaca concentrata R* a 100 ml con *acqua R*.

Identificazione Farmacopea Ufficiale XII Edizione

Cationi ed anioni



Dott. Giuseppe La Regina, Corso di Analisi Chimico-Farmaceutica e Tossicologica I (M-Z)

Identificazione Farmacopea Ufficiale XII Edizione

Cationi

- Alluminio: $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$

Disciogliere circa 15 mg di sostanza in esame in 2 ml di acqua R o usare 2 ml della prescritta soluzione. Aggiungere circa 0,5 ml di acido cloridrico diluito R. Aggiungere goccia a goccia sodio idrossido soluzione diluita R. Si forma un precipitato bianco gelatinoso che si scioglie in eccesso di sodio idrossido soluzione diluita R. Aggiungere gradualmente ammonio cloruro soluzione R. Si riforma un precipitato bianco gelatinoso.

Identificazione Farmacopea Ufficiale XII Edizione

Cationi

- Ammonio e basi volatili: NH_4Cl

Disciogliere circa 20 mg della sostanza in esame in 2 ml di acqua R o usare 2 ml della soluzione prescritta. Aggiungere 2 ml di sodio idrossido soluzione diluita R. Riscaldando la soluzione si sviluppano vapori identificabili dalla reazione alcalina.

Identificazione Farmacopea Ufficiale XII Edizione

Cationi

- Antimonio: SbCl_3

Disciogliere circa 10 mg della sostanza in esame in 1-2 ml di una soluzione di potassio e sodio tartrato R; a questa soluzione aggiungere, goccia a goccia, sodio solfuro soluzione R: si forma un precipitato rosso-arancio solubile in sodio idrossido soluzione diluita R.

Identificazione Farmacopea Ufficiale XII Edizione

Cationi

- Argento: AgCH_3COO

Disciogliere circa 10 mg della sostanza in esame in 10 ml di acqua R o usare 10 ml della soluzione prescritta. Aggiungere 0,3 ml di acido cloridrico R1. Si forma un precipitato bianco caseoso solubile in 3 ml di ammoniaca diluita R1.

Identificazione Farmacopea Ufficiale XII Edizione

Cationi

- Arsenico: As_2O_3

Riscaldare a b.m. 5 ml della soluzione prescritta (1-2 punte di spatola in 1-2 ml di sodio idrossido soluzione diluita R) con un eguale volume di ipofosforoso reattivo R. Si forma un precipitato bruno.

Identificazione Farmacopea Ufficiale XII Edizione

Cationi

- Bismuto: $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

Aggiungere 10 ml di acido cloridrico diluito R a 0,5 g di sostanza in esame o usare 10 ml della soluzione prescritta. Scaldare all'ebollizione per 1 min, raffreddare e, se necessario, filtrare. Aggiungere 20 ml di acqua R a 1 ml della soluzione ottenuta. Si forma un precipitato bianco o giallino che, per aggiunta di 0,05-0,1 ml di sodio solfuro soluzione R, diventa bruno.

Identificazione Farmacopea Ufficiale XII Edizione

Cationi

- Calcio: CaCl_2

Disciogliere circa 20 mg di sostanza in esame o la quantità prescritta in 5 ml di acido acetico R. Aggiungere 0,5 ml di potassio ferrocianuro soluzione R. La soluzione resta limpida. Aggiungere circa 50 mg di ammonio cloruro R. Si forma un precipitato bianco, cristallino.

Identificazione Farmacopea Ufficiale XII Edizione

Cationi

- Ferro: $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

Disciogliere una quantità di sostanza in esame equivalente a circa 10 mg di ione ferro (Fe^{2+}) in 1 ml di acqua R o usare 1 ml della soluzione prescritta. Aggiungere 1 ml di potassio ferricianuro soluzione R (potassio esacianoferrato(III)). Si forma un precipitato blu, insolubile in acido cloridrico diluito R.

Identificazione Farmacopea Ufficiale XII Edizione

Cationi

- Magnesio: $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

Disciogliere circa 15 mg della sostanza in esame in 2 ml di acqua R o usare 2 ml della soluzione prescritta. Aggiungere 1 ml di ammoniaca diluita R1. Si forma un precipitato bianco che si discioglie per aggiunta di 1 ml di ammonio cloruro soluzione R. Aggiungere 1 ml di sodio fosfato dibasico soluzione R. Si forma un precipitato bianco cristallino.

Identificazione Farmacopea Ufficiale XII Edizione

Cationi

- Mercurio: HgCl_2

Aggiungere sodio idrossido soluzione diluita R alla soluzione prescritta fino a reazione fortemente alcalina. Si forma un precipitato denso e giallo (sali mercurici).

Identificazione Farmacopea Ufficiale XII Edizione

Cationi

- Piombo: $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$

Disciogliere circa 0,1 g della sostanza in esame in 1 ml di acido acetico R o usare 1 ml della soluzione prescritta. Aggiungere 2 ml di potassio cromato soluzione R. Si forma un precipitato giallo, solubile in 2 ml di sodio idrossido soluzione concentrata R.

Identificazione Farmacopea Ufficiale XII Edizione

Cationi

- Potassio: KBr

Disciogliere 0,1 g della sostanza in esame in 2 ml di acqua R o usare 2 ml della soluzione prescritta. Aggiungere 1 ml di sodio carbonato soluzione R e riscaldare. Non si forma alcun precipitato. Aggiungere 0,05 ml di sodio solfuro soluzione R alla soluzione calda. Non si forma alcun precipitato. Raffreddare in acqua ghiacciata, aggiungere 2 ml di una soluzione di acido tartarico R e lasciare a riposo. Si forma un precipitato bianco cristallino.

Identificazione Farmacopea Ufficiale XII Edizione

Cationi

- Sodio: $\text{NaCH}_3\text{COO}\cdot 3\text{H}_2\text{O}$

Disciogliere 0,1 g di sostanza in esame in 2 ml di acqua R o usare 2 ml della soluzione prescritta. Aggiungere 2 ml di una soluzione di potassio carbonato R e scaldare all'ebollizione. Non si forma alcun precipitato. Aggiungere 4 ml di potassio piroantimoniato soluzione R e scaldare all'ebollizione. Lasciar raffreddare in acqua ghiacciata e sfregare, se necessario, le pareti della provetta con una bacchetta di vetro. Si forma un precipitato bianco e pesante.

Identificazione Farmacopea Ufficiale XII Edizione

Cationi

- Zinco: $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

Disciogliere circa 0,1 g della sostanza in esame in 5 ml di acqua R o usare 5 ml della soluzione prescritta. Aggiungere 0,2 ml di sodio idrossido soluzione concentrata R. Si forma un precipitato bianco che si discioglie per aggiunta di 2 ml di sodio idrossido soluzione concentrata R. Aggiungere 10 ml di ammonio cloruro soluzione R. La soluzione resta limpida. Aggiungere 0,1 ml di sodio solfuro soluzione R. Si forma un precipitato bianco fioccoso.

Identificazione Farmacopea Ufficiale XII Edizione

Anioni

- Acetati: $\text{NaCH}_3\text{COO}\cdot 3\text{H}_2\text{O}$

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

Identificazione Farmacopea Ufficiale XII Edizione

Anioni

- Bromuri: KBr

Disciogliere in 2 ml di acqua R una quantità di sostanza in esame equivalente a circa 3 mg di ione bromuro (Br^-), o usare 2 ml della soluzione prescritta. Acidificare con acido nitrico diluito R e aggiungere 0,4 ml di argento nitrato soluzione R1. Agitare e lasciare a riposo. Si forma un precipitato caseoso giallo pallido. Centrifugare e lavare il precipitato con 3 porzioni ciascuna di 1 ml di acqua R.

Identificazione Farmacopea Ufficiale XII Edizione

Anioni

Effettuare questa operazione rapidamente, al riparo dalla luce viva e non considerando il fatto che la soluzione sovranatante possa essere non perfettamente chiara. Sospendere il precipitato ottenuto in 2 ml di acqua R e aggiungere 1,5 ml di ammoniaca R. Il precipitato si discioglie con difficoltà.

Identificazione Farmacopea Ufficiale XII Edizione

Anioni

- Carbonati e bicarbonati: Na_2CO_3 e NaHCO_3

Introdurre in una provetta 01 g della sostanza in esame e sospenderla in 2 ml di acqua R o usare 2 ml della soluzione prescritta. Aggiungere 3 ml di acido acetico diluito R. Chiudere immediatamente la provetta con un tappo attraversato da un tubo di vetro piegato due volte ad angolo retto. La soluzione o sospensione diventa effervescente e sviluppa un gas inodore ed incolore. Scaldare leggermente e far gorgogliare il gas in 5 ml di bario idrossido soluzione R.

Identificazione Farmacopea Ufficiale XII Edizione

Anioni

Si forma un precipitato bianco che si discioglie in un eccesso di acido cloridrico R1.

Identificazione Farmacopea Ufficiale XII Edizione

Anioni

- Cloruri: NH_4Cl

Disciogliere in 2 ml di acqua R una quantità di sostanza in esame equivalente a circa 2 mg di ione cloruro (Cl^-) o usare 2 ml della soluzione prescritta. Acidificare con acido nitrico diluito R e aggiungere 0,4 ml di argento nitrato soluzione R1. Agitare e lasciare a riposo. Si forma un precipitato bianco caseoso. Centrifugare e lavare il precipitato con tre porzioni, ciascuna di 1 ml, di acqua R.

Identificazione Farmacopea Ufficiale XII Edizione

Anioni

Effettuare questa operazione rapidamente, a riparo dalla luce viva e non considerando il fatto che la soluzione sovranatante possa non diventare perfettamente limpida. Sospendere il precipitato in 2 ml di acqua R e aggiungere 1,5 ml di ammoniaca R. Il precipitato si discioglie facilmente con la possibile eccezione di poche particelle grandi che si disciolgono lentamente.

Identificazione Farmacopea Ufficiale XII Edizione

Anioni

- Fosfati: $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$

Aggiungere 5 ml di argento nitrato soluzione R1 a 5 ml della soluzione prescritta, neutralizzata se necessario. Si forma un precipitato giallo la cui colorazione non si modifica per ebollizione e che si discioglie per aggiunta di ammoniaca R.

Identificazione Farmacopea Ufficiale XII Edizione

Anioni

- Ioduri: KI

Disciogliere una quantità di sostanza in esame equivalente a circa 4 mg di ione ioduro (I^-) in 2 ml di acqua R o usare 2 ml della soluzione prescritta. Acidificare con acido nitrico diluito R e aggiungere 0,4 ml di argento nitrato soluzione R1. Agitare e lasciare a riposo. Si forma un precipitato caseoso giallo pallido. Centrifugare e lavare il precipitato con tre porzioni, ciascuna di 1 ml, di acqua R.

Identificazione Farmacopea Ufficiale XII Edizione

Anioni

Effettuare questa operazione rapidamente, a riparo dalla luce viva e non considerando il fatto che la soluzione sovranatante possa non diventare perfettamente limpida. Sospendere il precipitato in 2 ml di acqua R e aggiungere 1,5 ml di ammoniaca R. Il precipitato non si discioglie.

Identificazione Farmacopea Ufficiale XII Edizione

Anioni

- Nitrati: $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

Aggiungere la sostanza in esame polverizzata, in quantità equivalente a circa 1 mg di nitrato (NO_3^-) o la quantità di sostanza prescritta, ad una miscela di 0,1 ml di nitrobenzene R e 0,2 ml di acido solforico R. Lasciare a riposo per 5 min, raffreddare in acqua ghiacciata, e aggiungere lentamente, agitando, 5 ml di acqua R e 5 ml di sodio idrossido soluzione concentrata R. Aggiungere 5 ml di acetone R. Agitare e lasciare a riposo. Lo strato superiore si colora in violetto intenso.

Identificazione Farmacopea Ufficiale XII Edizione

Anioni

- Solfati: $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

Disciogliere circa 45 mg della sostanza in esame in 5 ml di acqua R o usare 5 ml della soluzione prescritta. Aggiungere 1ml di acido cloridrico diluito R e 1 ml di bario cloruro soluzione R1. Si forma un precipitato bianco.