

Sapienza Università di Roma  
Facoltà di Farmacia e Medicina  
Anno Accademico 2014/2015

Corso di Laurea in Chimica e Tecnologia Farmaceutiche  
Corso di Analisi Chimico-Farmaceutica e Tossicologica I (M-Z)  
Dott. Giuseppe La Regina

Esercitazione di Laboratorio n.4 – Turno A: mercoledì 29 ottobre 2014  
Esercitazione di Laboratorio n.4 – Turno B: giovedì 30 ottobre 2014

### Saggi speciali

#### *Saggio del mantello blu per la ricerca dello stagno*

E' questo un saggio assai sensibile ed estremamente specifico, dato da tutti i composti dello stagno. Nessun elemento eventualmente presente può interferire, salvo al più l'arsenico, in presenza della soluzione acquosa concentrata, HCl 37%, ed una punta di spatola della sostanza quale la sensibilità può diminuire notevolmente.

Versare in un becher 4-5 ml di acido cloridrico in esame (es., stagno cloruro, SnCl<sub>2</sub>).

Riempire con acqua fredda una provetta cilindrica ben pulita all'esterno e, tenendola con le pinze di legno, usarla per agitare il contenuto del becher.

Mentre si agita, aggiungere nel becher un granulo di zinco metallico, Zn: avrà luogo un abbondante sviluppo di idrogeno. Continuare ad agitare per qualche secondo.

Portare il fondo della provetta sulla fiamma del becco Bunsen: in presenza di stagno il fondo della provetta appare avvolto da un caratteristico mantello aderente di fiamma blu, visibilissimo in ambiente poco illuminato.

Non si conoscono né l'origine della colorazione né il ruolo svolto dall'idrogeno nascente nella reazione.

#### *Ricerca dell'acido borico*

L'acido borico, H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>, così come numerosi altri composti del boro, impartiscono alla fiamma del becco Bunsen una caratteristica colorazione verde, particolarmente evidente una volta trasformato nel suo corrispondente estere metilico, B(OCH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, o etilico, B(OCH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>.

Lo ione borato come tale non dà, tuttavia, questa colorazione: per ottenerla occorre trattare preventivamente il campione con acido solforico concentrato, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 98%, il quale libera l'acido borico, H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>, e, quindi, procedere alla reazione di esterificazione con metanolo, CH<sub>3</sub>OH, o etanolo, CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>OH.

Porre sul fondo di una provetta cilindrica una punta della sostanza in esame (acido borico, H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>), facendo attenzione a che la bocca della provetta non si sporchi. Aggiungere quindi circa 1 ml di alcool metilico, CH<sub>3</sub>OH, e 7-8 gocce di acido solforico concentrato, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 98%.

Scaldare cautamente la provetta sulla fiamma del becco Bunsen. Quando il liquido prende a bollire infiammare i vapori accostando alla fiamma la bocca della provetta e proseguire cautamente il riscaldamento.

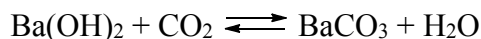
In presenza di borati i vapori bruceranno con una caratteristica fiamma orlata di verde, dovuta alla combustione del borato di metile, B(OCH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, formatosi attraverso la reazione:



#### *Saggio dell'acido carbonico*

Il riconoscimento si basa sull'intorbidimento dell'acqua di barite (Ba(OH)<sub>2</sub> soluzione acquosa

5%) ad opera dell'anidride carbonica, CO<sub>2</sub>, per formazione di carbonato di bario, BaCO<sub>3</sub>, secondo la reazione:



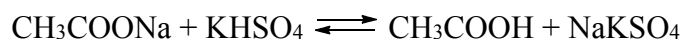
Mettere una punta di spatola di sostanza da esaminare (es., calcio carbonato, CaCO<sub>3</sub>) nel fondo di provetta e aggiungere circa 10-15 gocce di acido cloridrico soluzione acquosa 2N, HCl. In presenza di carbonato si vedrà una effervescenza più o meno vivace.

Con una pipetta pasteur asciutta dotata di tettarella pipettare l'aria (tenere la punta verso la metà della provetta e fare in modo di non toccare il liquido e le pareti) e farla gorgogliare, immergendo la punta della pipetta, in una soluzione di acqua di barite.

In presenza di anidride carbonica si ha intorbidimento bianco evidente. Il precipitato e l'intorbidimento dell'acqua di barite deve scomparire per acidificazione con acido cloridrico soluzione acquosa 2N, HCl (presenza di carbonati e non di solfati).

#### *Saggio dell'acido acetico*

Il saggio si basa sulla formazione di acido acetico, CH<sub>3</sub>COOH, di odore caratteristicamente pungente, a partire da sali contenenti lo ione acetato, CH<sub>3</sub>COO<sup>-</sup>, per effetto dell'aggiunta di bisolfato di potassio, KHSO<sub>4</sub>, secondo la reazione:

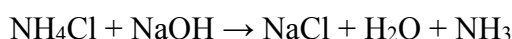


Triturare una punta di spatola di sostanza (es., sodio acetato, CH<sub>3</sub>COONa) in mortaio con pestello insieme a 3-4 volte il proprio peso di bisolfato potassico, KHSO<sub>4</sub>. In presenza dello ione acetato, CH<sub>3</sub>COO<sup>-</sup>, si svolge odore di acido acetico, CH<sub>3</sub>COOH.

#### *Ricerca dello ione ammonio*

Il saggio si basa sulla formazione di ammoniaca, NH<sub>3</sub>, a partire da sali di ammonio, NH<sub>4</sub><sup>+</sup>, in presenza di una base. L'ammoniaca, NH<sub>3</sub>, può essere riconosciuta attraverso il caratteristico odore oppure per colorazione basica di una cartina indicatrice di pH bagnata con alcune gocce di acqua.

Trattare una piccola porzione della sostanza in esame (es., ammonio cloruro, NH<sub>4</sub>Cl) con alcune gocce di idrossido di sodio 2N, NaOH, in un tubicino da saggio. Scaldare il contenuto sulla fiamma del becco Bunsen. In presenza di ammonio, NH<sub>4</sub><sup>+</sup>, si ha la seguente reazione:



Elenco sostanze da utilizzare: HCl soluzione acquosa 37%, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 98%, CH<sub>3</sub>OH, Ba(OH)<sub>2</sub> soluzione acquosa 5%, NaOH soluzione acquosa 2N, HCl soluzione acquosa 2N x6, SnCl<sub>2</sub> x6, Zn x6, H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> x6, CaCO<sub>3</sub> x6, CH<sub>3</sub>COONa x6, KHSO<sub>4</sub> x6, NH<sub>4</sub>Cl x6.

Elenco attrezzature e materiale laboratorio da mettere a disposizione: lampada Bunsen e tubicini da saggio.