

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.5 – Turno A: lunedì 3 novembre 2014  
Esercitazione di Laboratorio n.5 – Turno B: martedì 4 novembre 2014

### **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  $\text{Ag}^+$ ,  $\text{Pb}^{2+}$  e  $^+\text{Hg}-\text{Hg}^+$ , i quali vengono precipitati come cloruri insolubili: argento(I) cloruro,  $\text{AgCl}$ , bianco; piombo(II) cloruro,  $\text{PbCl}_2$ , bianco; mercurio(I) cloruro o calomelano,  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ , bianco.

#### *Attacco cloridrico*

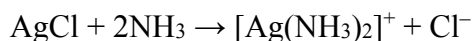
Porre circa 2-3 punte di spatola del campione in esame in una provetta da centrifuga, aggiungere circa 3-4 ml di acido cloridrico soluzione acquosa 2N,  $\text{HCl}$ , e scaldare in bagnomaria bollente per circa 10 minuti agitando con una bacchetta di vetro di tanto in tanto. Lasciare raffreddare a lungo e centrifugare, quindi separare il liquido sovrastante. Il precipitato ottenuto è costituito dai cloruri di  $\text{Ag(I)}$  (argento(I) cloruro,  $\text{AgCl}$ ),  $\text{Pb(II)}$  (piombo(II) cloruro,  $\text{PbCl}_2$ ) e  $\text{Hg(I)}$  (mercurio(I) cloruro o calomelano,  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ ).

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

##### 1. Ricerca dell'argento

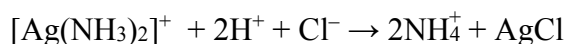
Lavare almeno 2 volte il residuo insolubile con acqua distillata a freddo, in porzioni da circa 3-4 ml. Aggiungere 1 ml di ammonio idrossido soluzione acquosa concentrata,  $\text{NH}_4\text{OH}$  30%, e 1 ml di acqua distillata ed agitare a lungo con una bacchetta di vetro.

L'argento, se presente, passa in soluzione sotto forma di ione complesso diamminoargento(I),  $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+$ :

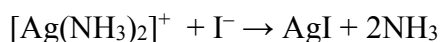


Dopo centrifugazione, decantare la soluzione (l'eventuale residuo verrà utilizzato per la ricerca degli altri componenti del gruppo) e dividerla in 3 porzioni (soluzione ammoniacale).

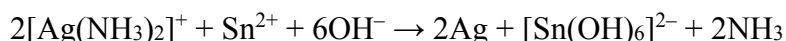
Porzione A: saggio con acido nitrico,  $\text{HNO}_3$ . Su di una porzione di soluzione ammoniacale ricercare l'argento aggiungendo goccia a goccia, con cautela, l'acido nitrico soluzione acquosa concentrata,  $\text{HNO}_3$  70%, sino a che l'ambiente è nettamente acido (controllare con cartina all'indicatore universale). In tali condizioni, lo ione diamminoargento(I),  $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+$ , viene distrutto e l'argento, se presente, precipita nuovamente sotto forma di cloruro (precipitato bianco caseoso),  $\text{AgCl}$ :



Porzione B: saggio con potassio(I) ioduro, KI. Ad un'altra porzione di soluzione ammoniacale aggiungere 2-3 gocce di soluzione di potassio(I) ioduro soluzione acquosa 1M, KI. In presenza di argento ha luogo la formazione di un precipitato bianco di argento(I) ioduro, AgI, che per diluizione della soluzione sovrastante con acqua distillata si colora in giallo pallido:

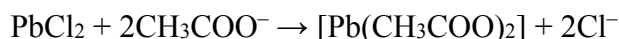


Porzione C: saggio con stagno(II) cloruro, SnCl<sub>2</sub>. Ad una terza porzione di soluzione ammoniacale si aggiungono 2-3 gocce di soluzione di stagno(II) cloruro soluzione acquosa 0,3M, SnCl<sub>2</sub>. In presenza di argento ha luogo la formazione di un precipitato nero di argento metallico, Ag:



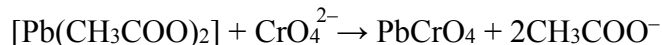
## 2. Ricerca del piombo

Lavare 2 volte con acqua distillata il residuo proveniente dal trattamento con ammonio idrossido soluzione acquosa concentrata, NH<sub>4</sub>OH 30%, avendo cura di decantare il liquido dopo ogni lavaggio. Aggiungere 2-3 ml di soluzione di ammonio acetato 2,5M, NH<sub>4</sub>CH<sub>3</sub>COO, e tenere a bagnomaria per circa 10 minuti, agitando di frequente. Il piombo, presente come cloruro, viene solubilizzato sotto forma di acetato, [Pb(CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub>], sale poco dissociato:

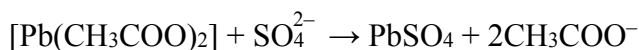


Dopo centrifugazione, decantare la soluzione e dividerla in 2 porzioni.

Porzione A': saggio con potassio(I) cromato, K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub>. Aggiungere ad una porzione della soluzione una goccia di soluzione di potassio(I) cromato 0,5M, K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub>. In presenza di piombo si forma immediatamente un precipitato giallo pulverulento di piombo(II) cromato, PbCrO<sub>4</sub>:

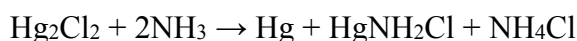


Porzione B': saggio con acido solforico, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Aggiungere all'altra porzione alcune gocce di acido solforico soluzione acquosa 2N, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. In presenza di piombo si forma un precipitato bianco pulverulento di piombo(II) solfato, PbSO<sub>4</sub>:



## 3. Ricerca del mercurio

Se nel residuo è presente mercurio(I) questo ha reagito con l'ammonio idrossido soluzione acquosa concentrata, NH<sub>4</sub>OH 30%, aggiunta durante la ricerca dell'argento formando un prodotto nero, costituito da cloroammidomercurio(II), HgNH<sub>2</sub>Cl, (bianco) e mercurio elementare (nero), Hg, che conferma la presenza di mercurio(I):



Elenco sostanze da utilizzare: miscela cationi I gruppo x6, HCl soluzione acquosa 2N x6, NH<sub>4</sub>OH soluzione acquosa 30% x10, HNO<sub>3</sub> soluzione acquosa 70% x10, KI soluzione acquosa 1M x2, SnCl<sub>2</sub> soluzione acquosa 0,3M x2, NH<sub>4</sub>CH<sub>3</sub>COO soluzione acquosa 2,5M x2, K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub> soluzione acquosa 0,5M x2, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> soluzione acquosa 2N x2.

Elenco attrezzature e materiale laboratorio da mettere a disposizione: bagnomaria x6, centrifuga x6.