

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.7 – Turno A: lunedì 17 novembre 2014  
Esercitazione di Laboratorio n.7 – Turno B: martedì 18 novembre 2014

### **Analisi sistematica dei cationi: V gruppo**

#### *Premessa*

Nello schema classico di analisi sistematica dei cationi si cercano al quinto gruppo analitico quegli elementi, i cui carbonati sono insolubili in ambiente debolmente alcalino ( $\text{pH} \approx 9$ ), quali  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$  e  $\text{Ba}^{2+}$ .

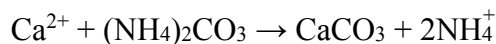
Come reattivo precipitante del gruppo viene usato l'ammonio carbonato,  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ , in ambiente ammoniacale (tamponato con cloruro ammonico,  $\text{NH}_4\text{Cl}$ , per evitare la precipitazione del magnesio). In tali condizioni precipitano: calcio carbonato,  $\text{CaCO}_3$ , bianco; stronzio carbonato,  $\text{SrCO}_3$ , bianco; bario carbonato,  $\text{BaCO}_3$ , bianco.

#### *Attacco cloridrico*

Porre 2-3 punte di spatola del campione in esame in una provetta da centrifuga, aggiungere circa 2-3 ml di acido cloridrico soluzione acquosa 2N,  $\text{HCl}$ , e scaldare a bagnomaria bollente per circa 10 minuti agitando con una bacchetta di vetro di tanto in tanto. Lasciare raffreddare e centrifugare, quindi scartare l'eventuale precipitato dopo averlo lavato almeno 2 volte con acqua distillata. Unire le acque di lavaggio alla soluzione cloridrica.

#### *Precipitazione dei carbonati*

Alla soluzione cloridrica così ottenuta aggiungere goccia a goccia ammonio idrossido soluzione acquosa concentrata,  $\text{NH}_4\text{OH}$  30%, sino a  $\text{pH} = 9-10$  (controllare con la cartina all'indicatore universale; evitare un eccesso di ammonio idrossido). Aggiungere quindi 1-2 punte di spatola di ammonio carbonato solido,  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ , e lasciare reagire per 10-15 minuti, agitando frequentemente. Se l'ammonio carbonato,  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ , stenta a disciogliersi scaldare la sospensione a bagnomaria appena tiepido (un bagnomaria bollente decompone il reattivo). Si formerà lentamente un precipitato bianco contenente: calcio(II) carbonato,  $\text{CaCO}_3$ ; stronzio(II) carbonato,  $\text{SrCO}_3$ ; bario(II) carbonato,  $\text{BaCO}_3$ . Ad esempio:



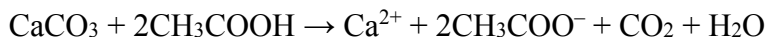
Dopo raffreddamento, centrifugare la sospensione e separare la soluzione. Trasferire la soluzione in una seconda provetta da centrifuga ed aggiungere ancora una 1 punta di spatola di ammonio carbonato solido,  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ , quindi scaldare a bagnomaria tiepido per qualche minuto: l'eventuale precipitato andrà separato per centrifugazione dopo aver raffreddato la sospensione ed aggiunto al precedente.

Dopo aver scartato la soluzione, lavare il precipitato complessivo 1-2 volte con una miscela costituita da ammonio cloruro soluzione acquosa 2M,  $\text{NH}_4\text{Cl}$ , e 1-2 gocce di ammonio idrossido soluzione acquosa concentrata,  $\text{NH}_4\text{OH}$  30%.

### *Analisi dei cationi del V gruppo*

Porre una puntina di spatola del precipitato su di un vetrino ad orologio, aggiungere 1 ml di acido cloridrico soluzione acquosa 2N, HCl, e saggiare alla fiamma per la ricerca di Ca (rosso mattone), Sr (rosso carminio) e Ba (verde chiaro).

Aggiungere al resto del precipitato circa 2 ml di acido acetico soluzione acquosa 2M, CH<sub>3</sub>COOH, e scaldare a bagnomaria bollente per 10 minuti al fine di eliminare la CO<sub>2</sub>. Ad esempio:



Dopo raffreddamento, dividere la soluzione acetica limpida in 2 porzioni (A e B): in una si cercherà il calcio e nell'altra lo stronzio ed il bario.

#### 1. Separazione e ricerca del calcio

Alla porzione A della soluzione acetica aggiungere circa 10 gocce di ammonio solfato soluzione acquosa 1M, (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, e scaldare a bagnomaria per 5 minuti. Dopo raffreddamento, centrifugare la sospensione e scartare il precipitato, costituito dai solfati di stronzio e bario oltre ad una piccola quantità di quello di calcio; la concentrazione di Ca<sup>2+</sup> che resta in soluzione è tuttavia sufficiente a consentirne l'identificazione.

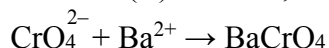
Alla soluzione limpida aggiungere 3-4 gocce di ammonio ossalato soluzione acquosa satura, (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, e scaldare a bagnomaria per qualche minuto. In presenza di calcio si forma un precipitato bianco cristallino, finemente suddiviso, di calcio(II) ossalato, Ca(C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>):



Dopo raffreddamento, centrifugare la sospensione ottenuta, scartare la soluzione e confermare la presenza del calcio mediante saggio alla fiamma sul precipitato.

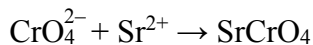
#### 2. Separazione e ricerca di stronzio e bario

A 10 gocce della porzione B della soluzione acetica poste in una provetta da centrifuga aggiungere 10 gocce di reattivo di Caron, (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>/NH<sub>4</sub>OH/CH<sub>3</sub>COOH. In presenza di bario, si ha la formazione di un precipitato giallo di bario(II) cromato, BaCrO<sub>4</sub>:



Centrifugare la sospensione ottenuta, separare la soluzione e confermare la presenza del bario mediante saggio alla fiamma sul precipitato.

Aggiungere alla soluzione ammonio idrossido soluzione acquosa 2N, NH<sub>4</sub>OH, fino a colorazione gialla e 10-15 gocce di alcol etilico, CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>OH, e scaldare a bagnomaria. In presenza di stronzio, si ha la formazione di un precipitato giallo di stronzio(II) cromato, SrCrO<sub>4</sub>:



Dopo raffreddamento, centrifugare la sospensione ottenuta, scartare la soluzione e confermare la presenza dello stronzio mediante saggio alla fiamma sul precipitato.

Elenco sostanze da utilizzare: miscela cationi x6, HCl 2N x6, (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> x6, NH<sub>4</sub>OH 30% x10, NH<sub>4</sub>Cl 2M x2, CH<sub>3</sub>COOH 2M x2, (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1M x2, (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ss x2, reattivo di Caron x2, NH<sub>4</sub>OH 2N x2, CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>OH x2.

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