

Sapienza Università di Roma
Facoltà di Farmacia e Medicina
Anno Accademico 2011/2012

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.6 – 18 Novembre 2011

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 del quale la sensibilità può diminuire notevolmente.

Versare in un becher 4-5 ml di acido cloridrico concentrato ed una punta di spatola della sostanza in esame (SnCl_2).

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: 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_3BO_3 , così come numerosi altri composti del boro, impartiscono alla fiamma del becco Bunsen una caratteristica colorazione verde. Lo ione borato come tale non dà però questa colorazione: per ottenerla occorre trattare preventivamente il campione con acido solforico concentrato, il quale libera l'acido borico, assai più debole.

Il saggio può essere effettuato con il filo di platino umettando una piccola quantità della sostanza in esame con acido solforico concentrato su di un vetrino ad orologio. Questa tecnica, tuttavia, non è consigliabile, in quanto i sali di rame e di bario possono interferire.

Ogni interferenza può essere evitata con il saggio seguente.

Porre sul fondo di una provetta cilindrica una punta della sostanza in esame (H_3BO_3), facendo attenzione a che la bocca della provetta non si sporchi. Aggiungere quindi circa 1 ml di alcool metilico (o etilico) e 7-8 gocce di acido solforico concentrato.

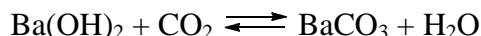
Scaldare cautamente la provetta sulla fiamma del becco Bunsen. Quando il liquido prende a bollire infiammare i vapori accostando alla fiamma la bocca della provetta e proseguire cautamente il riscaldamento.

In presenza di borati i vapori bruceranno con una caratteristica fiamma orlata di verde, dovuta alla combustione del borato di metile (o etile), formatosi attraverso la reazione:



Saggio dell'acido carbonico

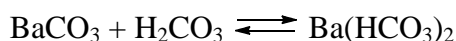
Il riconoscimento si basa sull'intorbidimento dell'acqua di barite (Ba(OH)_2 5% soluzione acquosa) ad opera dell'anidride carbonica, per formazione di carbonato di bario.



Mettere una punta di spatola di sostanza da esaminare (CaCO_3) nel fondo di provetta e aggiungere circa 10-15 gocce di HCl diluito (o H_2SO_4). In presenza di carbonato si vedrà una effervescenza più o meno vivace (eventualmente scaldare leggermente alla fiamma del becco Bunsen o a bagnomaria).

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.

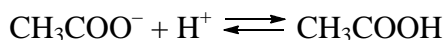
In presenza di anidride carbonica si ha intorbidimento bianco evidente. Il precipitato e l'intorbidimento dell'acqua di barite deve scomparire per acidificazione con HCl (presenza di carbonato e non di solfato). E' bene ricordare infine che qualche volta se la soluzione di Ba(OH)_2 è molto poco diluita e la quantità di anidride carbonica introdotta molto alta, il precipitato che in un primo momento si forma di BaCO_3 si può ridisciogliere per formazione di bicarbonato solubile:



Riscaldando, tuttavia, la provetta il bicarbonato decompone e precipita il carbonato.

Saggio dell'acido acetico

Il saggio si basa sulla formazione di acido acetico, di odore caratteristicamente pungente, a partire da sali contenenti lo ione acetato per effetto dell'aggiunta di bisolfato di potassio, secondo la reazione:



Triturare una punta di spatola di sostanza (CH_3COONa) in mortaio con pestello insieme a 3-4 volte il proprio peso di bisolfato potassico (KHSO_4). In presenza dello ione acetato si svolge odore di acido acetico.

Ricerca dello ione ammonio

Il saggio si basa sulla formazione di ammoniaca a partire da sali di ammonio in presenza di una base. L'ammoniaca 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 (NH_4Cl) con alcune gocce di idrossido di sodio diluito (NaOH 2N) in un tubicino da saggio. Scaldare il contenuto sulla fiamma del becco Bunsen. In presenza di ammonio, si ha la seguente reazione:

