

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 Ca^{2+} , Sr^{2+} e Ba^{2+} .

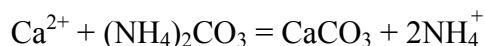
Come reattivo precipitante del gruppo viene usato l'ammonio carbonato, $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$, in ambiente ammoniacale (tamponato con cloruro ammonico, NH_4Cl , per evitare la precipitazione del magnesio). In tali condizioni precipitano: CaCO_3 (bianco), SrCO_3 (bianco) e BaCO_3 (bianco).

Attacco cloridrico

Porre circa 100 mg del campione in esame in una provetta da centrifuga, aggiungere circa 2-3 ml di acido cloridrico 2N, 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 ammoniaca concentrata sino a $\text{pH} = 9-10$ (controllare con la cartina all'indicatore universale; evitare un eccesso di ammoniaca). Aggiungere quindi 1-2 punte di spatola di carbonato ammonico solido, $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$, e lasciare reagire per 10-15 minuti, agitando frequentemente. Se $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ stenta a disciogliersi scaldare la sospensione a bagnomaria appena tiepido (un bagnomaria bollente decompone il reattivo). Si formerà lentamente un precipitato bianco contenente CaCO_3 , SrCO_3 e BaCO_3 . Ad esempio:



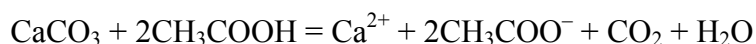
Dopo raffreddamento, centrifugare la sospensione e separare la soluzione. Trasferire la soluzione in una seconda provetta da centrifuga ed aggiungere ancora una punta di spatola di $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ solido, quindi scaldare a bagnomaria tiepido per qualche minuto: l'eventuale precipitato andrà 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 ammonio cloruro 2M, NH_4Cl , cui sia stata aggiunta qualche goccia di ammoniaca concentrata soluzione acquosa, NH_4OH .

Analisi dei cationi del V gruppo

Porre una puntina di spatola del precipitato su di un vetrino ad orologio, aggiungere 1 ml di HCl 2N 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 2M, CH_3COOH , e scaldare a bagnomaria bollente per 10 minuti al fine di eliminare la CO_2 . 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 1M, $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, 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^{2+} che resta in soluzione è tuttavia sufficiente a consentirne l'identificazione.

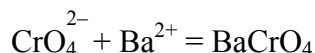
Alla soluzione limpida aggiungere 3-4 gocce di ossalato ammonico soluzione satura, $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$, e scaldare a bagnomaria per qualche minuto. In presenza di calcio si forma un precipitato bianco cristallino, finemente suddiviso, di ossalato di calcio:



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

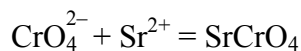
2. Separazione e ricerca di stronzio e bario

A 10 gocce della porzione B della soluzione acetica poste in una provetta da centrifuga aggiungere 10 gocce di reattivo di Caron. In presenza di bario, si ha la formazione di un precipitato giallo di BaCrO_4 :



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

Aggiungere alla soluzione NH_4OH 2N fino a colorazione gialla e 10-15 gocce di alcol etilico, $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$, e scaldare a bagnomaria. In presenza di stronzio, si ha la formazione di un precipitato giallo di SrCrO_4 :



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