

Analisi degli anioni

Premessa

Sebbene esista un'analisi sistematica degli anioni mediante suddivisione in gruppi analogamente a quanto visto per i cationi, nella pratica comune, tuttavia, la ricerca degli anioni viene effettuata con saggi specifici per ogni singolo anione o gruppo di anioni.

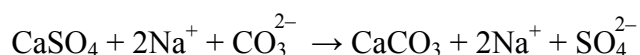
In sostanza, la ricerca prevede la solubilizzazione del campione in ambiente basico e la suddivisione della soluzione ottenuta, definita soluzione anionica, in tante porzioni per quanti sono gli anioni da ricercare, oltre da un'eventuale quota di riserva.

Preparazione della soluzione anionica

Porre in una beuta da 25 ml circa 200-250 mg del campione in esame, 300-350 mg di sodio carbonato solido, Na_2CO_3 , e 10 ml di acqua distillata. Lasciare bollire per circa 20-25 minuti, controllando l'ebollizione mediante l'impiego di una spatola disposta obliquamente nelle beuta. Qualora il volume della miscela si riduca eccessivamente, aggiungere qualche millilitro di acqua distillata con pipetta Pasteur.

Al termine dell'ebollizione si dovranno ottenere circa 5 ml di soluzione alcalina. Dopo raffreddamento, filtrare la sospensione su filtro di carta a pieghe e lavare delicatamente il precipitato con 1-2 ml di Na_2CO_3 2 M.

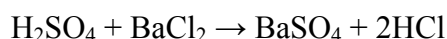
Il carbonato di sodio provoca la precipitazione della maggior parte degli ioni metallici come carbonati, o idrossidi, e porta in soluzione gli anioni di molti sali poco solubili mediante reazioni metatetiche; ad esempio:



Analisi degli anioni

1. Ricerca dei solfati

Acidificare 1 ml della soluzione anionica con acido cloridrico concentrato, HCl . Aggiungere, quindi, alcune gocce di bario cloruro 0,5 M, BaCl_2 . In presenza di solfati, si ottiene un precipitato bianco di solfato di bario:

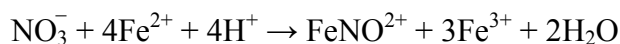


Se la soluzione non è stata acidificata a sufficienza, il precipitato bianco ottenuto può essere costituito da carbonato di bario, BaCO_3 . Per verificare tale eventualità, centrifugare la soluzione e trattare il precipitato con alcune gocce di HCl 2 N. Se il precipitato è costituito solo da BaCO_3 si scioglie completamente, mettendo in evidenza la non corretta esecuzione del saggio.

2. Ricerca dei nitrati

Acidificare 0,5 ml della soluzione anionica con acido solforico 2 M, H_2SO_4 , quindi aggiungere 1 ml di una soluzione satura di solfato di ferro eptaidrato, $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$. Aggiungere alla soluzione risultante con molta cautela alcune gocce di H_2SO_4 concentrato, avendo cura che questo scorra lungo le pareti della provetta ed entri nella soluzione senza provocare rimescolamenti. In presenza

di nitrati, nell'interfase tra l'acido solforico depositatosi sul fondo della provetta e la soluzione si apprezza un anello bruno dovuto alla formazione di ferro nitrosile, FeNO^{2+} :



3. Ricerca dei cloruri, bromuri e ioduri

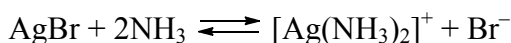
Acidificare con acido nitrico concentrato, HNO_3 , 1 ml della soluzione anionica e portare all'ebollizione per qualche minuto. Aggiungere 0,5 ml di argento nitrato 0,5 M, AgNO_3 ; se presenti, precipitano gli alogenuri come sali di argento (AgCl , bianco; AgBr , giallo pallido, AgI , giallo). Centrifugare la sospensione e scartare il liquido surnatante.

Trattare il precipitato con 3-4 ml di ammonio carbonato 1 M, $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$, e scaldare a bagnomaria bollente per 3-5 minuti. Dopo raffreddamento, centrifugare e conservare il precipitato (contenente bromuri e ioduri).

Dopo averlo separato, acidificare il liquido surnatante (contenente i cloruri) con HNO_3 concentrato: in presenza di cloruri, si ottiene un precipitato bianco di AgCl .

Lavare il precipitato contenente bromuri e ioduri con $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ 1 M, trattarlo con 2 ml di ammonio idrossido 6 M, NH_4OH , e lasciare bollire a bagnomaria per 2 minuti.

Dopo raffreddamento, centrifugare la sospensione e conservare l'eventuale residuo (contenente gli ioduri). Il liquido surnatante contiene i bromuri, passati in soluzione grazie alla formazione del complesso diamminoargento(I):

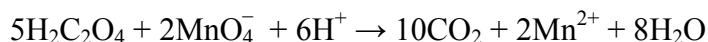


Acidificare il liquido con HNO_3 concentrato: in presenza di bromuri, si ottiene un precipitato giallo pallido di AgBr .

Trasferire il precipitato contenente gli ioduri in un tubicino da saggio, aggiungere 1-2 gocce di H_2SO_4 concentrato e scaldare al calor rosso: ha luogo la formazione di vapori violetti di iodio molecolare.

4. Ricerca degli ossalati

Acidificare con acido acetico 2 N, CH_3COOH , 1 ml della soluzione anionica ed aggiungere 1 ml di una soluzione di nitrato di calcio 0,1 M, $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$. In presenza di ossalati si ottiene un precipitato bianco di ossalato di calcio, CaC_2O_4 . Centrifugare e scartare il liquido. Trattare il precipitato con H_2SO_4 2 M, scaldare la soluzione e aggiungere lentamente una soluzione di potassio permanganato 0,01 M, KMnO_4 . In presenza di ossalati il permanganato viene ridotto a Mn^{2+} e di conseguenza la colorazione violetta da esso impartita inizialmente alla soluzione scompare:



L'anidride carbonica, CO_2 , che si sviluppa dalla reazione, può essere messa in evidenza mediante gorgogliamento in acqua di barite.