

Sapienza Università di Roma
Facoltà di Farmacia e Medicina
Anno Accademico 2013/2014

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 – 6 novembre 2013

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 Ag^+ , Pb^{2+} e $^+\text{Hg-Hg}^+$, i quali vengono precipitati come cloruri insolubili: argento cloruro, AgCl , bianco; piombo cloruro, PbCl_2 , bianco; mercurio cloruro (I) o calomelano, Hg_2Cl_2 , bianco.

Attacco cloridrico

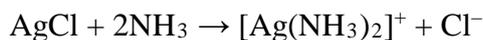
Porre circa 2-3 punte di spatola del campione in esame in una provetta da centrifuga, aggiungere circa 3-4 ml di acido cloridrico soluzione acquosa 2N, HCl , e scaldare in bagnomaria bollente per circa 10 minuti agitando con una bacchetta di vetro di tanto in tanto. Lasciare raffreddare a lungo e centrifugare, quindi separare il liquido sovrastante. Il precipitato ottenuto è costituito dai cloruri di Ag(I) (argento cloruro, AgCl), Pb(II) (piombo cloruro, PbCl_2) e Hg(I) (mercurio cloruro o calomelano, Hg_2Cl_2).

Analisi sistematica dei cationi del I gruppo

1. Ricerca dell'argento

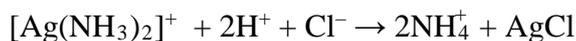
Lavare almeno 2 volte il residuo insolubile con acqua distillata a freddo, in porzioni da circa 3-4 ml. Aggiungere 1 ml di ammonio idrossido soluzione acquosa concentrata, NH_4OH 30%, e 1 ml di acqua distillata ed agitare a lungo con una bacchetta di vetro.

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

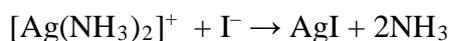


Dopo centrifugazione, decantare la soluzione (l'eventuale residuo verrà utilizzato per la ricerca degli altri componenti del gruppo) e dividerla in 3 porzioni.

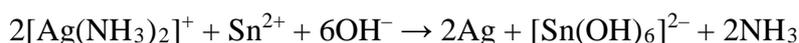
Porzione A: saggio con acido nitrico, HNO_3 . Su di una porzione di soluzione ammoniacale ricercare l'argento aggiungendo goccia a goccia, con cautela, l'acido nitrico soluzione acquosa concentrata, HNO_3 70%, sino a che l'ambiente è nettamente acido (controllare con cartina all'indicatore universale). 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), AgCl :



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

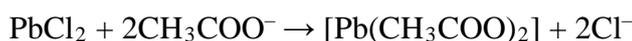


Porzione C: saggio con cloruro stannoso, SnCl₂. Ad una terza porzione di soluzione ammoniacale si aggiungono 2-3 gocce di soluzione di cloruro stannoso soluzione acquosa 0,3M, SnCl₂. In presenza di argento ha luogo la formazione di un precipitato nero di argento metallico, Ag:



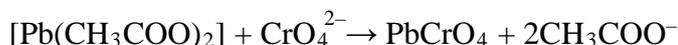
2. Ricerca del piombo

Lavare 2 volte con acqua distillata il residuo proveniente dal trattamento con ammonio idrossido soluzione acquosa concentrata, NH₄OH 30%, avendo cura di decantare il liquido dopo ogni lavaggio. Aggiungere 2-3 ml di soluzione di acetato di ammonio 2,5M, NH₄CH₃COO, e tenere a bagnomaria per circa 10 minuti, agitando di frequente. Il piombo, presente come cloruro, viene solubilizzato sotto forma di acetato, [Pb(CH₃COO)₂], sale poco dissociato:

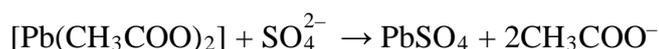


Dopo centrifugazione, decantare la soluzione e dividerla in 2 porzioni.

Porzione A': saggio con cromato potassico, K₂CrO₄. Aggiungere ad una porzione della soluzione una goccia di soluzione di cromato potassico 0,5M, K₂CrO₄. In presenza di piombo si forma immediatamente un precipitato giallo pulverulento di cromato di piombo, PbCrO₄:

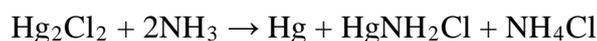


Porzione B': saggio con acido solforico, H₂SO₄. Aggiungere all'altra porzione alcune gocce di acido solforico soluzione acquosa 2N, H₂SO₄. In presenza di piombo si forma un precipitato bianco pulverulento di solfato di piombo, PbSO₄:



3. Ricerca del mercurio

Se nel residuo è presente mercurio(I) questo ha reagito con l'ammonio idrossido soluzione acquosa concentrata, NH₄OH 30%, aggiunta durante la ricerca dell'argento formando un prodotto nero, costituito da cloroammidomercurio(II), HgNH₂Cl, (bianco) e mercurio elementare (nero), Hg, che conferma la presenza di mercurio(I):



Elenco sostanze da utilizzare: miscela cationi I gruppo x7, HCl soluzione acquosa 2N x7, NH₄OH soluzione acquosa 30%, HNO₃ soluzione acquosa 70%, KI soluzione acquosa 1M, SnCl₂ soluzione acquosa 0,3M, NH₄CH₃COO soluzione acquosa 2,5M, K₂CrO₄ soluzione acquosa 0,5M, H₂SO₄ soluzione acquosa 2N.

Elenco attrezzature e materiale laboratorio da mettere a disposizione: bagnomaria, pipette pasteur, tettarelle lattice.